

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ DENGAN
METODE PEMADUAN MEKANIK DAN PERLAKUAN
PANAS SEBAGAI MATERIAL SUPERKONDUKTOR**

SKRIPSI



KHOIROTUN NISA

**PROGRAM STUDI S1-FISIKA
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2016**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ DENGAN
METODE PEMADUAN MEKANIK DAN PERLAKUAN
PANAS SEBAGAI MATERIAL SUPERKONDUKTOR**

SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Fisika
Pada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga

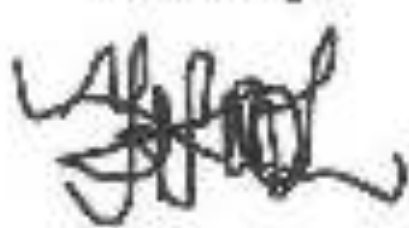
Disetujui Oleh:

Pembimbing I



Andi Hamila Zaldan, Ph.D
NIP. 1983042200404101

Pembimbing II



M. Ikhlasul Armal, Ph.D
NIP. 19810604204011001

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Sintesis dan Karakterisasi $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan Metode
Pemaduan Mekanik dan Perlakuan Panas sebagai
Material Superkonduktor

Penyusun : Khoirotun Nisa

NIM : 081211332007

Pembimbing I : Andi Hamim Zaidan, Ph.D.

Pembimbing II : M. Ikhlasul Amal, Ph.D.

Tanggal Seminar : 26 Juli 2016

Disetujui oleh:

Pembimbing I



Andi Hamim Zaidan, Ph.D.
NIP. 1983042200604101

Pembimbing II



M. Ikhlasul Amal, Ph.D.
NIP. 19810604204011001

Mengesetui,

Kepala Program Studi S1 Fisika
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga



Dr. Nisa Yasin, M.Sc.
NIP. 198003121991021001

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga. Diperkenalkan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kaidah ilmiah. Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.

SURAT PERNYATAAN TENTANG ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini, saya:

Nama : Khoirotun Nisa

NIM : 081211332007

Program Studi : Fisika

Fakultas : Sains dan Teknologi

Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa saya tidak melakukan tindakan plagiat dalam penulisan skripsi saya yang berjudul:

SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ DENGAN METODE PEMADUAN MEKANIK DAN PERLAKUAN PANAS SEBAGAI MATERIAL SUPERKONDUKTOR

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiat, maka saya menerima sanksi yang telah ditetapkan.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 26 Juli 2016



Khoirotun Nisa
NIM. 081211332007

Khoirotun Nisa, 2016, **Synthesis and Characterization $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ with Mechanical Alloying Method and Heat Treatment as a Superconducting Material**. Skripsi ini di bawah bimbingan Andi Hamim Zaidan, Ph.D. dan M. Ikhlusul Amal, Ph.D., Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.

ABSTRAK

$\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ telah disintesis dengan metode pemaduan mekanik dan perlakuan panas sebagai material superkonduktor. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi komposisi S terhadap pembentukan fase, morfologi permukaan dan temperature kritis $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$). $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ disintesis dengan dua tahap yaitu *alloying* $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ dengan waktu *milling* selama 1 jam dan BPR sebesar 1:1 kemudian dipanaskan pada temperatur 400°C selama 12 jam dengan pemanasan bertahap. $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ telah disintesis setelah *alloying* $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ dengan teknik yang sama. Penambahan sulfur dari 15% hingga 30% menyebabkan penurunan komposisi fasa β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$. Pada semua sampel terdapat fasa pengotor FeTe_2 sedangkan pada komposisi sulfur 20% hingga 30% terdapat unsur Te. Morfologi permukaan $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$, $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ dan $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ berbentuk kepingan, pipih dan saling bertumpuk. Sedangkan morfologi permukaan $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ berbentuk kepingan, bulat dan saling bertumpuk. Pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ dan $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ juga menunjukkan terbentuknya gumpalan. $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ menunjukkan adanya penurunan resistivitas pada temperatur 1,69 K sedangkan $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ menunjukkan adanya penurunan resistivitas pada temperatur 1,76 K.

Kata kunci: $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$, pemaduan mekanik, perlakuan panas, pembentukan fasa

Khoirotun Nisa, 2016, **Synthesis and Characterization $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ with Mechanical Alloying Method and Heat Treatment as a Superconducting Material**. This thesis under the guidance of Andi Hamim Zaidan, Ph.D. and M. Ikhlasul Amal, Ph.D., Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Airlangga University.

ABSTRACT

$\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ was synthesized with mechanical alloying and heat treatment as superconducting material. This research was purposed to determine the effect of variations in S composition to the phase formation, morphology and critical temperature $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0.15; 0.20; 0.25; 0.30$). $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ was synthesized with two step alloying i.e. $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ alloying by milling time of 1 hour and BPR= 1: 1 then heated at a temperature of 400°C for 12 hours with multistep sintering process. $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ was synthesized after $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ alloy with the same techniques of the alloying $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$. The addition of sulfur from 15% to 30% was resulting reduction composition of β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ phase. All samples contained FeTe_2 as impurities phase. Samples with sulfur composition of 20% to 30% contain an element of Te. Morphology of $\text{FeTe}_{0.85}\text{S}_{0.15}$, $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ dan $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ are plates, flat and cluster. Morphology of $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ are plates, spherical and cluster. $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ dan $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ sample show agglomeration in part of morphology. $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ showed a decrease in resistivity at temperature of 1.69 K and $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ showed a decrease in resistivity at temperature 1.76 K.

Keywords: $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$, mechanical alloying, heat treatment, phase formation

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala limpahan rahmat, karunia dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan Metode Pemaduan Mekanik dan Perlakuan Panas sebagai Material Superkonduktor”**. Skripsi ini ditulis sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Allah SWT yang telah memberikan kesempatan bagi penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal skripsi tepat waktu.
2. Nabi Muhammad SAW yang telah menjadi tauladan bagi kita semua.
3. Bapak Supiyan, ibu Istianah dan adik Husna Dzakiyyah yang senantiasa mendoakan, mendukung setiap langkah dan memberikan kasih sayang serta dukungan yang tiada tara.
4. Bapak Andi Hamim Zaidan, Ph.D sebagai pembimbing I dan Bapak Ikhlasul Amal, Ph.D sebagai pembimbing II yang senantiasa membimbing dalam penyusunan naskah skripsi.
5. Bapak Dr. Agung Imaduddin, M.Eng selaku ketua *group* superkonduktor Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, LIPI yang banyak memberi saran dan ilmu tentang superkonduktor.
6. Ibu Bintoro Siswayanti, M.Si selaku pembimbing lapangan yang memberikan bimbingan selama proses sintesis $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$.
7. Bapak Sigit Dwi Yudanto, M.Si selaku pembimbing lapangan yang memberikan bimbingan selama proses sintesis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$, karakterisasi dan penulisan.

8. Ibu Dr. Aminatun, M.Si dan bapak Drs. R. Arif Wibowo, M.Si sebagai penguji seminar hasil skripsi yang banyak memberikan saran dan masukan.
9. Bapak Drs. Djony Izak Rudyardjo, M.Si sebagai dosen wali yang senantiasa membimbing sejak awal masuk perkuliahan dan selalu memberikan motivasi.
10. Bapak Dr. Moh Yasin, M.Si, selaku kepala departemen Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
11. Bapak Septian Adi Chandra, bapak M. Yunan Hasbi, bapak Satrio Herwibowo dan bapak Hendrik yang membantu selama penelitian.
12. M. Luthfi. K yang banyak membantu dari pengurusan masuk Universitas sampai akhir perkuliahan.
13. Teman satu perantauan dari mahasiswa baru, Hanif Raikhatul J dan Oktaviana Retna N yang memberikan semangat dan dukungan.
14. Teman-teman kos; Fachrun Nisa, Novi Tri Nugraheni, Ratna Yulia Sari dan Ika Wahyuni yang memberikan semangat dan masukan.
15. Teman-teman *group* superkonduktor ; Yulia Puspa Dewi, Lalu Arif R. Hakim, Risuliniko Saragih, Lyana Amirani dan Mona Sintia yang memberikan dukungan selama penelitian.
16. Teman-teman Fisika 2012 yang saling memberi motivasi selama perkuliahan dan sampai penelitian selesai.
17. Serta pihak-pihak yang belum sempat saya sebutkan disini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, koreksi, kritik, dan saran sangat diperlukan untuk

kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi pembaca dan dapat dijadikan sebagai salah satu acuan pengetahuan khususnya di bidang fisika medis.

Penyusun,

Khoirotun Nisa

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN NASKAH SKRIPSI.....	iv
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS	v
ABSTRAK.....	vi
ABSTRACT.....	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR TABEL.....	xvii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Batasan Masalah.....	5
1.4 Tujuan Penelitian.....	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Definisi dan Sejarah Superkonduktor.....	7
2.2 Karakterisasi Bahan Superkonduktor.....	10
2.2.1 Temperatur Kritis (T _c).....	10
2.2.2 Besar Hambatan Jenis (Resistivitas).....	11
2.3 Tipe Superkonduktor.....	13
2.3.1 Superkonduktor Tipe I.....	13
2.3.2 Superkonduktor Tipe II.....	14
2.4 Superkonduktor FeSe	15
2.5 Substitusi Selenium (Se) oleh Tellurium (Te).....	19

2.6 Material FeTe.....	21
2.7 Substitusi Sulfur (S)	23
2.8 Pemaduan Mekanik.....	24
2.8.1 Komponen Pemaduan Mekanik.....	28
2.8.2 Parameter Proses Pemaduan Mekanik.....	29
2.9 Teknik Perlakuan Panas (<i>Heat Treatment</i>)	30
2.10 Karakterisasi Superkonduktor.....	36
2.10.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	36
2.10.2 <i>Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Analysis</i> (SEM - EDX)	39
2.10.3 Uji Temperatur Kritis.....	41
BAB III METODE PENELITIAN	44
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	44
3.2 Variabel Penelitian.....	45
3.3 Bahan dan Alat Penelitian.....	45
3.3.1 Bahan Penelitian.....	45
3.3.2 Alat Penelitian.....	45
3.4 Prosedur Penelitian.....	46
3.4.1 Tahap Persiapan.....	48
3.4.2 Tahap Sintesis Sampel.....	48
3.4.2.1 Penggerusan dengan <i>High Energi Milling</i> (HEM)	48
3.4.2.2 Kompaksi Serbuk	51
3.4.2.3 Peletakan Sampel dalam <i>Quartz Ampoule</i>	53
3.4.2.4 <i>Sintering</i> Sampel.....	54
3.4.3 Tahap Karakterisasi Sampel	59
3.4.3.1 Uji XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	59
3.4.3.2 Uji SEM – EDX (<i>Scanning Electron Microscope – Energy</i>	

<i>Dispersive X-Ray Analysis)</i>	60
3.4.3.3 Uji Temperatur Kritis.....	61
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	64
4.1 Hasil Uji XRD $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$).....	64
4.2 Hasil Uji SEM – EDX $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$).....	74
4.3 Uji Temperatur Kritis $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$).....	80
4.4 Hasil Uji XRD $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)	85
4.5 Hasil Uji SEM – $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)	97
4.6 Uji Temperatur Kritis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$).....	106
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	113
5.1 Kesimpulan.....	113
5.2 Saran.....	113
DAFTAR PUSTAKA.....	114

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Superkonduktivitas kawat Hg (Bennemann dan Ketterson, 2003)	7
2.2	Keadaan superkonduktor atom kisi pada logam (Purwanto dalam Timm, 2014)	8
2.3	<i>Time line</i> superkonduktor (Flukiger, 2012)	10
2.4	Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur bahan superkonduktor	11
2.5	Grafik hubungan resistivitas terhadap temperature	13
2.6	Berbagai keadaan pada superkonduktor tipe II	14
2.7	Struktur berlapis dari famili “1111”, “122”, “111” dan “11” (Mousavi <i>et al</i> dalam Kenji <i>et al</i> , 2014)	16
2.8	Struktur kristal FeSe _{0,88} (Hsu <i>et al</i> , 2008)	16
2.9	(a) Struktur FeSe dengan parameter kisi <i>a</i> dan <i>c</i> . Posisi Se atau tinggi anion dari bidang Fe <i>zc</i> dan sudut ikat α . (b) Nilai parameter kisi dalam kondisi standar (Margadonna <i>et al</i> , 2009)	17
2.10	Hubungan tinggi anion dan T _c dalam superkonduktor berbasis Fe (Mizuguchi dan Takano, 2010)	18
2.11	Permukaan fermi FeSe (Subedi <i>et al</i> , 2008)	18
2.12	Diagram fase Fe _{1+d} Se _{1-x} Te _x (Mizuguchi dan Takano, 2010)	20
2.13	Efek komposisi Te terhadap resistivitas FeSe _{1-x} Te _x (Mizuguchi dan Takano, 2010)	20
2.14	Superkonduktivitas pada FeTe dan FeSe (Mizuguchi dan Takano, 2010)	22
2.15	Pengaruh tekanan terhadap temperatur transisi FeTe (Mizuguchi, <i>et al</i> , 2008)	22
2.16	Struktur kristal FeTe dengan ion Fe (berwarna hitam) dan Te (berwarna emas) (Mizuguchi <i>et al</i> , 2008)	23
2.17	Diagram fase superkonduktor FeTe _{1-x} S _x (Mizuguchi dan Takano, 2010)	23
2.18	Hubungan resistivitas terhadap temperatur (Mizuguchi <i>et al</i> , 2008)	24
2.19	Tumbukan bola-serbuk-bola dalam proses pemaduan mekanik (Suryanarayana, 2004)	26
2.20	Pertumbuhan ikatan mikrostruktur antar partikel selama proses <i>sintering</i> (German, 1994)	31
2.21	Diagram fase Fe-Te (Baker, 1998)	33
2.22	Difraksi sinar X oleh atom-atom pada bidang (Ismunandar, 2006)	38
2.23	Skema prinsip kerja SEM (sumber: iastate.edu)	39

2.24	Skema utama alat ukur FPP (Smits, 1957)	46
3.1	Diagram alir penelitian	47
3.2	Neraca digital	50
3.3	<i>High Energi Milling</i> (HEM) tipe Shaker Mill	51
3.4	Vial dan <i>ball mill</i>	51
3.5	Cetakan pellet	52
3.6	Mesin kompaksi hidrolik	52
3.7	Pelet $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ hasil kompaksi	53
3.8	<i>Quartz ampoule</i> dan sampel dalam <i>quartz ampoule</i>	53
3.9	Pemvakuman dan pengaliran argon dalam <i>quartz ampoule</i>	54
3.10	<i>Furnace</i> untuk <i>sintering</i> $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$	55
3.11	Diagram proses <i>sintering</i> $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$	55
3.12	Hasil <i>sintering</i> $\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$, $\text{Te}_{0,80}\text{S}_{0,20}$, $\text{Te}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ dan $\text{Te}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ (berurutan dari kiri ke kanan)	56
3.13	Hasil <i>sintering</i> $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)	59
3.14	Perangkat XRD, UPT Laboratorium Terpadu, UNDIP	60
3.15	Perangkat uji SEM, PPM LIPI	61
3.16	Grafik hubungan resistivitas (ρ) terhadap temperatur (T)	62
3.17	Perangkat alat uji <i>Cryogenic magnet</i>	63
4.1	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$	64
4.2	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$	66
4.3	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$	68
4.4	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$	70
4.5	Analisa pembentukan fase $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)	72
4.6	Morfologi $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ pada perbesaran 20.000X	74
4.7	Morfologi $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ pada perbesaran 20.000X	76
4.8	Morfologi $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ pada perbesaran 20.000X	77
4.9	Morfologi $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ pada perbesaran 20.000X	79
4.10	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$	81
4.11	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$	82
4.12	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$	83
4.13	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$	84
4.14	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)	85
4.15	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi FeSe	86
4.16	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi FeSe	88

4.17	Analisa pembentukan fase sampel dengan variasi waktu <i>milling</i> dan BPR.....	90
4.18	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$	91
4.19	Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi sampel 4	93
4.20	Analisa pembentukan fase sampel $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)	95
4.21	Morfologi FeSe dengan waktu <i>milling</i> = 2 jam dan BPR = 1:1.....	98
4.22	Morfologi FeSe dengan waktu <i>milling</i> = 5 jam dan BPR = 6:1.....	100
4.23	Morfologi $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan waktu <i>milling</i> = 5 jam dan BPR = 6:1.....	102
4.24	Morfologi $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan waktu <i>milling</i> = 5 jam dan BPR = 6:1.....	104
4.25	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel FeSe.....	107
4.26	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel FeSe	108
4.27	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel FeSe dengan variasi waktu <i>milling</i> dan BPR.....	109
4.28	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$	110
4.29	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	111
4.30	Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)	112

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
3.1	Variasi komposisi sampel	48
3.2	Massa Fe, Te dan S yang dibutuhkan masing – masing sampel.....	49
3.3	Massa $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ (0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30)	56
3.4	Massa Fe dan $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ yang dibutuhkan masing – masing sampel.....	58
4.1	Komposisi fasa yang terbentuk dalam $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$	65
4.2	Komposisi fasa yang terbentuk dalam $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$	67
4.3	Komposisi fasa yang terbentuk dalam $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$	69
4.4	Komposisi fasa yang terbentuk pada $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$	71
4.5	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	75
4.6	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	77
4.7	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	78
4.8	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	80
4.9	Komposisi fase yang terbentuk pada FeSe	87
4.10	Komposisi fase yang terbentuk pada FeSe	89
4.11	Komposisi fase yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$	93
4.12	Komposisi fase yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	95
4.13	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	99
4.14	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	101
4.15	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	103
4.16	Perbandingan persen atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan	105

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Superkonduktor merupakan suatu material dengan komposisi tertentu yang mampu menghantarkan arus listrik di bawah temperatur kritisnya tanpa adanya hambatan ($R=0$) sehingga tidak ada daya yang hilang. Superkonduktor pertama kali ditemukan oleh fisikawan Belanda, Heike Kamerlingh Onnes pada tahun 1911 yang menunjukkan bahwa resistivitas dari kawat merkuri (Hg) turun drastis menuju nol secara tiba-tiba dengan arus yang mengalir terus menerus setelah sampel didinginkan di bawah temperatur 4,2 K yang merupakan titik leleh helium cair.

Sejak ditemukan sifat superkonduktivitas dalam Hg, superkonduktor terus dikembangkan sehingga ditemukan banyak unsur, *alloy* dan keramik yang menunjukkan sifat superkonduktivitas. Penemuan superkonduktor berbasis CuO dengan nilai temperatur kritis yang lebih tinggi dari pada superkonduktor logam konvensional sehingga dapat dioperasikan dengan biaya pendinginan yang lebih rendah menunjukkan adanya kemajuan dalam pengembangan material superkonduktor. Adanya temperatur kritis yang tinggi dalam CuO memunculkan upaya untuk mengeksplorasi senyawa baru yang mengandung ion logam transisi selain Cu dengan harapan dapat dihasilkan superkonduktor dengan temperatur kritis yang lebih tinggi. Hal ini menggambarkan bahwa nilai temperatur kritis yang tinggi dari CuO terjadi akibat korelasi elektron yang kuat terkait dengan ion logam transisi.

Penemuan superkonduktor berbasis Fe pada tahun 2008 merupakan hal yang mengejutkan. Superkonduktor ini bertentangan dengan superkonduktor konvensional yang meyakini bahwa material magnetik tidak pernah merangkap sebagai material superkonduktor. Fenomena ini membuktikan adanya sifat superkonduktivitas dengan mekanisme baru yang berbeda dari CuO.

Superkonduktor berbasis CuO memiliki temperatur kritis (T_c), medan kritis (H_c) dan rapat arus kritis (J_c) yang lebih tinggi dibanding superkonduktor lainnya tetapi aplikasinya terbatas karena terkendala pada sifat anisotropi dan *brittle* yang tinggi sebagai sifat mekaniknya (Mousavi *et al*, 2014). Superkonduktor berbasis Fe terkategori sebagai *Low Temperature Superconductors* (LTS) tetapi memiliki anisotropi rendah, medan ireversibilitas yang tinggi, medan kritis yang tinggi dan sifat mekanik yang lebih baik. Sifat-sifat tersebut sangat dibutuhkan pada aplikasi superkonduktor dalam skala besar.

Salah satu teknologi yang memanfaatkan superkonduktor adalah kereta Maglev (*Magnetically Levitated Train*). Material superkonduktor ini digunakan sebagai penyusun rel yang menyebabkan kereta Maglev dapat melayang di atas rel. Hal ini menyebabkan gaya gesek antara kereta dan rel yang menghambat pergerakan kereta dapat dihilangkan sehingga kereta api dapat bergerak sangat cepat. Kereta ini memanfaatkan medan magnet yang dihasilkan oleh kumparan pada dinding logam termagnetisasi (*guideway*) di sepanjang jalur kereta yang dapat menarik dan mendorong kereta. Material superkonduktor sebagai penyusun rel disyaratkan memiliki sifat mekanik yang baik.

Indonesia memiliki sumber daya alam berupa besi (Fe) yang melimpah sehingga harga penjualannya relatif murah. Pengaplikasian Fe sebagai material superkonduktor bersifat lebih ekonomis dan memberikan dampak positif dalam peningkatan nilai tambah Fe. Teknik manufaktur superkonduktor berbasis Fe yang lebih mudah dan biaya produksi yang lebih murah menjadikan superkonduktor berbasis Fe layak digunakan dalam berbagai aplikasi di masa mendatang.

Superkonduktor berbasis Fe terus dikembangkan hingga saat ini. Superkonduktor berbasis Fe diklasifikasikan ke dalam dua famili yaitu Fe pniktida dari golongan V A dan Fe kalkogenida dari golongan VI A. Fe pniktida dan Fe oksipniktida memiliki lapisan Fe pniktida yang berulang dan oksida tanah jarang yang dirumuskan sebagai ReOFePn (Re: unsur tanah jarang dan Pn: Pniktida). Superkonduktor ini memiliki temperatur kritis lebih tinggi diantara superkonduktor berbasis Fe, seperti $\text{LaO}_{1-x}\text{F}_x\text{FeAs}$ dengan temperatur kritis sebesar 43 K (Hiroki Takahashi, 2008) dan $\text{Sm}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$ dengan temperatur kritis tertinggi yaitu 55 K (Ren Zhi-An *et al*, 2008). Di sisi lain, arsen (As) bersifat toksik dan sangat reaktif sehingga penambahan arsen perlu dihindari dan diganti dengan material lain yang lebih aman.

Fe kalkogenida merupakan senyawa terbaru yang ditemukan dan dikenal sebagai fase “11”. Meskipun temperatur kritis superkonduktor Fe kalkogenida tidak setinggi Fe pniktida, Fe kalkogenida memiliki komposisi biner sehingga lebih mudah dalam kontrol stoikiometri. Selain itu, Fe kalkogenida memiliki struktur yang sederhana sehingga lebih mudah dalam mengkaji mekanisme superkonduktivitas seperti pemodelan dan perhitungan teoritis. Istilah kalkogen

dalam superkonduktor berbasis Fe lebih ditujukan pada sulfur (FeS), selenida (FeSe) dan telurida (FeTe).

Diantara ketiga senyawa tersebut, hanya FeSe yang memiliki sifat superkonduktivitas. Superkonduktor FeSe tetragonal ditemukan pada tahun 2008 dengan temperatur kritis sebesar 8K (Hsu FC *et al*, 2008) dan menunjukkan peningkatan T_c dengan memberikan tekanan. Superkonduktor ini sangat menarik karena memiliki struktur kristal yang sederhana dan bersifat non toksik. FeTe mempunyai struktur kristal analog dengan superkonduktor FeSe tetapi tidak menunjukkan gejala superkonduktivitas bahkan dengan memberikan tekanan 1,60 GPa dan mengalami transisi struktur dari tetragonal ke orthorombik pada temperatur sekitar 80 K (Y. Mizuguchi *et al*, 2008).

Sulfur (S) yang bukan termasuk logam tanah jarang (*rare earth*) memiliki potensi sebagai material *alloying* pada FeTe sebagai kandidat material superkonduktor sehingga cukup efektif untuk dilakukan penelitian pengembangan. Yoshikazu Mizuguchi *et al* berhasil melakukan sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan komposisi sulfur sebesar 10% dan 20% pada tahun 2008. Dari penelitian tersebut diperoleh $T_c^{\text{onset}} \text{FeTe}_{0,9}\text{S}_{0,1} = 10 \text{ K}$, $T_c^{\text{onset}} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 10,5 \text{ K}$ dan $T_c^{\text{p} \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 7,8 \text{ K}$.

Anand Pal dan V. P. S. Awana melakukan sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan komposisi sulfur 25% pada tahun 2010 yang kemudian diperoleh $T_c^{\text{onset}} \text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = 10 \text{ K}$ dan $T_c^{\text{p} \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = 5,5 \text{ K}$. Sedangkan Takako Kikegawa, Kazuki Sato dan Keisuke Ishikawa telah melakukan sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan variasi komposisi sulfur sebesar 0%, 10%, 20%

dan 30% pada tahun 2014. Pada penelitian yang telah dilakukan tersebut diperoleh $T_c^{p \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 3,4 \text{ K}$ dan $T_c^{p \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,7}\text{S}_{0,3} = 3,8 \text{ K}$ dan terjadi peningkatan $T_c^{p \rightarrow 0}$ setelah diberikan proses *annealing* hingga mencapai $T_c^{p \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 5,2 \text{ K}$ dan $T_c^{p \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,7}\text{S}_{0,3} = 6,5 \text{ K}$.

Dari ketiga penelitian tersebut dapat diketahui bahwa sifat superkonduktivitas terjadi pada penambahan sulfur sekitar 20% sehingga pada penelitian ini akan dilakukan sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan variasi komposisi sulfur 15%, 20%, 25% dan 30%. Berdasarkan variasi tersebut diharapkan dapat diketahui komposisi sulfur yang optimal dalam superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$. Pada penelitian ini, superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ akan disintesis menggunakan metode pemaduan mekanik dan perlakuan panas.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun masalah yang dihadapi dalam penelitian sintesis $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan metode pemaduan mekanik dan perlakuan panas sebagai material superkonduktor adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pembentukan fase $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada berbagai variasi komposisi sulfur yang terbentuk melalui proses pemaduan mekanik dan perlakuan panas ?
2. Bagaimana morfologi permukaan $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada berbagai variasi komposisi sulfur ?
3. Bagaimana karakteristik $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada berbagai variasi komposisi sulfur melalui uji temperatur kritis (T_c) ?

1.3 Batasan Masalah

Sintesis $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ sebagai material superkonduktor dilakukan menggunakan metode pemaduan mekanik dengan *High-Energy Milling* (HEM) dan perlakuan panas melalui proses *sintering*. Karakterisasi sifat mikroskopis pada penelitian ini meliputi uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) kemudian dilakukan karakterisasi sifat superkonduktivitas melalui uji temperatur kritis.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut :

1. Mengetahui fase - fase yang terbentuk dalam $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada berbagai variasi komposisi sulfur melalui proses pemaduan mekanik dan perlakuan panas.
2. Mengetahui sifat morfologi permukaan $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada berbagai variasi komposisi sulfur.
3. Mengetahui karakteristik $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada berbagai variasi komposisi sulfur melalui uji temperatur kritis.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini dapat dijadikan sumber informasi dan referensi untuk penelitian lanjutan dalam pembuatan superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dengan komposisi sulfur yang optimal melalui metode pemaduan mekanik dan perlakuan panas yang akan menghasilkan sifat superkonduktivitas lebih baik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Definisi dan Sejarah Superkonduktor

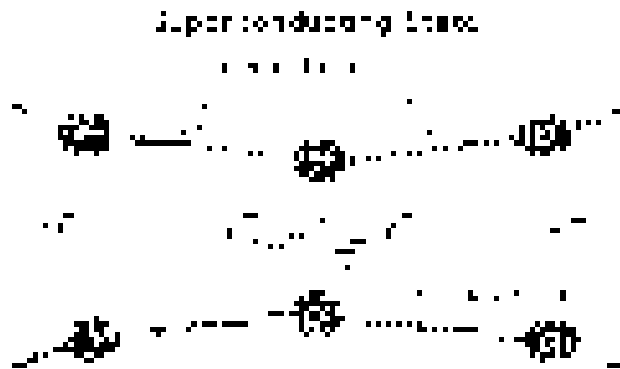
Superkonduktor merupakan suatu bahan dengan komposisi tertentu yang mampu menghantarkan arus listrik di bawah temperatur kritisnya tanpa adanya hambatan ($\rho = 0$) sehingga tidak ada daya yang hilang. Bahan superkonduktor pada temperatur ruang bersifat isolator, semikonduktor atau konduktor.

Superkonduktor ditemukan pertama kali oleh fisikawan Belanda yaitu Heike Kamerlingh Onnes pada tahun 1911. Pada tahun itu, Onnes mempelajari sifat-sifat listrik bahan logam pada temperatur yang sangat rendah sehingga diketahui bahwa hambatan dari suatu logam akan menurun ketika didinginkan di bawah temperatur ruang. Pada percobaannya, Onnes mengalirkan arus pada kawat merkuri (Hg) murni dan mengukur hambatannya seiring dengan penurunan temperatur yang diberikan. Onnes menemukan bahwa hambatan listrik bernilai nol ketika didinginkan pada temperatur 4,2 K. Hasil percobaan Onnes diilustrasikan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Superkonduktivitas kawat Hg (Bennemann dan Ketterson, 2003)

Superkonduktor konvensional dikembangkan dari tahun 1911 hingga tahun 1980. Superkonduktor tersebut meliputi Hg, Pb, Nb, NbO, NbN, V_3Si , Nb_3Sn , NbAlGe dan Nb_3Ge (K.H. Bennemann dan J.B. Ketterson, 2008). Mekanisme superkonduktivitas dalam superkonduktor konvensional dapat dijelaskan melalui teori BCS (Bardeen, Cooper dan Schrieffer) yang dijelaskan pada Gambar 2.2. Teori ini dikemukakan pada tahun 1957.



Gambar 2.2. Keadaan superkonduktor atom kisi pada logam (Purwanto dalam Timm, 2014)

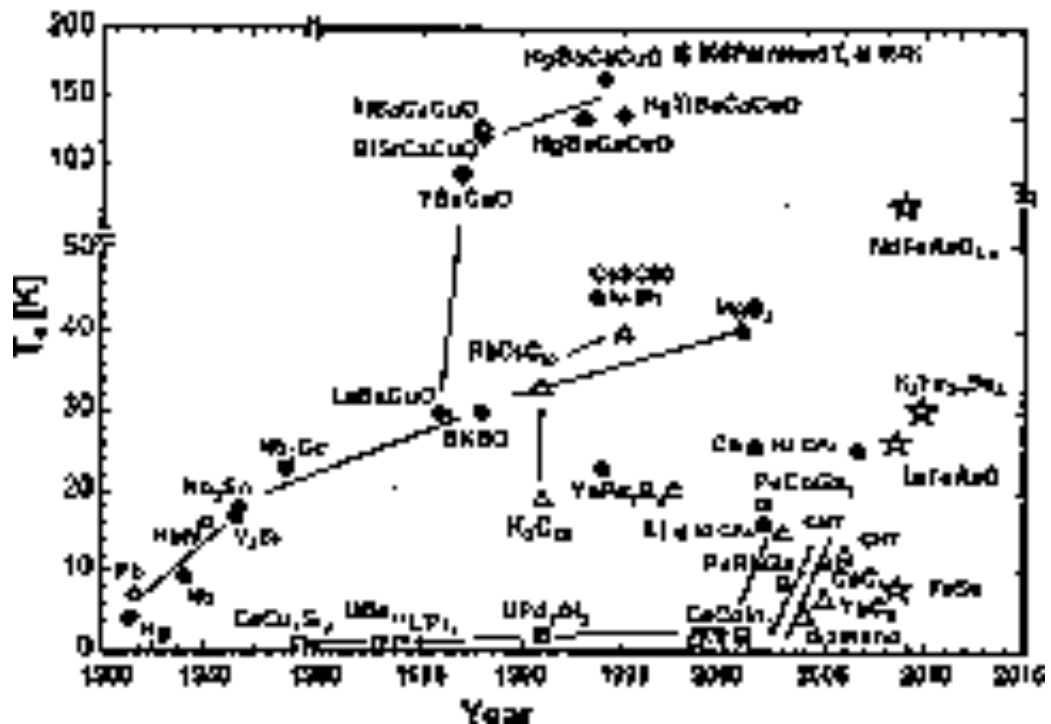
Resistivitas sebesar nol diakibatkan oleh elektron-elektron yang berpasangan (*cooper pairs*). Jika ada dua buah elektron yang melewati kisi, elektron kedua akan mendekati elektron pertama karena gaya tarik dari inti atom-atom kisi lebih besar. Gaya ini melebihi gaya tolak-menolak antar elektron sehingga kedua elektron bergerak berpasangan.

Ketika elektron pertama pada *cooper pairs* melewati inti atom kisi (bermuatan positif), elektron yang mendekati inti atom kisi akan bergetar dan memancarkan fonon (energi kuantum yang berhubungan dengan getaran elektron). Sedangkan elektron lainnya menyerap fonon. Pertukaran fonon ini mengakibatkan gaya tarik menarik antar elektron. Pasangan elektron ini akan

melalui kisi tanpa gangguan dengan kata lain tanpa hambatan (Purwanto dalam Timm, 2014).

Setelah tahun 1980, superkonduktor baru yang menarik dari material yang berbeda telah ditemukan. Superkonduktor *cuprates* ditemukan oleh Bednorz dan Muller pada tahun 1986. Di antara delapan famili superkonduktor temperatur tinggi (HTS), oksida tembaga (*cuprates*) memiliki T_c yang menonjol dan jauh di atas temperatur nitrogen cair. Interaksi elektron-elektron repulsive menyebabkan munculnya superkonduktivitas dengan T_c tinggi. Secara struktural, bidang CuO_2 adalah isolator yang didorong oleh interaksi elektron-elektron repulsive yang kuat (isolator Mott). Superkonduktivitas non konvensional pada *cuprates* ini muncul akibat pendopongan ke bidang CuO isolator (Uchida, 2015). Pasangan *cooper* di dalam *cuprates* diakibatkan oleh penggabungan (*coupling*) pembawa muatan (hole atau elektron) pada bidang Cu-O (Bennemann dan Ketterson, 2008).

Hingga saat ini, superkonduktor terus dikembangkan. Perkembangan bahan superkonduktor dari awal penemuan hingga saat ini diilustrasikan pada Gambar 2.3. Superkonduktor FeAs merupakan superkonduktor berbasis Fe yang pertama kali ditemukan pada tahun 2008. Sejak saat itu, superkonduktor berbasis Fe terus dikembangkan. Pada tahun yang sama, superkonduktor FeSe ditemukan dengan temperatur kritis sebesar 8K oleh Hsu *et al.*

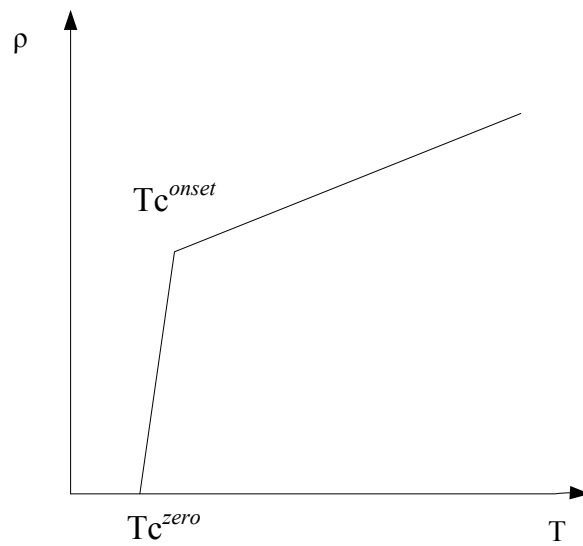


Gambar 2.3. Time line superkonduktor (Flukiger, 2012)

2.2 Karakterisasi Bahan Superkonduktor

2.2.1 Temperatur Kritis (T_c)

Temperatur ketika konduktor normal kehilangan resistivitas dan menjadi superkonduktor dikenal dengan temperatur kritis atau temperatur transisi (Kanungo, 2013). Selain dari bahan konduktor, superkonduktor juga dapat berasal dari semikonduktor atau isolator. Nilai temperatur kritis suatu bahan superkonduktor berbeda satu sama lain. Temperatur kritis superkonduktor dikenal dengan T_c^{onset} dan T_c^{zero} yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. T_c^{onset} merupakan temperatur kritis awal superkonduktor yaitu temperatur ketika mulai terjadinya penurunan resistivitas dengan tajam. Sedangkan T_c^{zero} merupakan temperatur kritis akhir superkonduktor yaitu temperatur ketika resistivitas mulai bernilai nol. Selisih antara T_c^{onset} dan T_c^{zero} disebut sebagai lebar transisi resistif (ΔT_c).



Gambar 2.4. Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur bahan superkonduktor

2.2.2 Besar Hambatan Jenis (Resistivitas)

Temperatur merupakan faktor dari luar yang berpengaruh terhadap resistivitas bahan logam. Semakin tinggi temperatur bahan, semakin tinggi vibrasi elektron-elektron bebas dalam bahan. Elektron mengalami tumbukan karena adanya vibrasi kisi (fonon) dan cacat kristal. Probabilitas elektron terhambur per satuan waktu dinyatakan dengan $1/\tau$ yang dirumuskan sebagai :

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{ph}} + \frac{1}{\tau_i} \quad (2.1)$$

Resistivitas bahan logam dapat dirumuskan dengan persamaan :

$$\rho = \rho_i + \rho_{ph}(T) = \frac{m^*}{Ne^2} \frac{1}{\tau_i} + \frac{m^*}{Ne^2} \frac{1}{\tau_{ph}} \quad (2.2)$$

di mana

ρ_i : Resistivitas akibat hamburan oleh ketidakmurnian (tidak bergantung T)

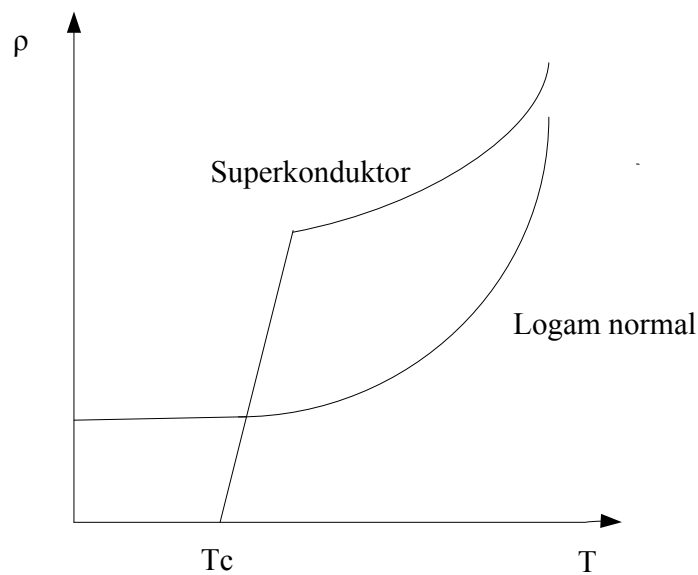
$\rho_{ph}(T)$: Resistivitas akibat hamburan oleh fonon (bergantung T)

m^* : Massa efektif elektron

N_e : Muatan per satuan volume

Pada temperatur rendah, hamburan oleh fonon diabaikan karena amplitudo osilasi yang sangat kecil ($\tau_{ph} \rightarrow \infty, \rho_{ph} \rightarrow 0$) sehingga $\rho = \rho_i$ konstan. Ketika temperatur meningkat, hamburan oleh fonon menjadi lebih efektif dan $\rho_{ph}(T)$ bertambah sehingga ρ bertambah. Ketika temperatur cukup besar maka hamburan oleh fonon menjadi dominan dan $\rho = \rho_{ph}(T)$. Pada temperatur tinggi, $\rho_{ph}(T)$ bertambah secara linear terhadap temperatur. Hal ini sesuai dengan Gambar 2.5.

Resistivitas bahan superkonduktor bernilai nol ($\rho = 0$) jika didinginkan di bawah temperatur kritis (T_c). Resistivitas yang sama dengan nol menunjukkan sifat konduktivitas sempurna. Pada temperatur di atas T_c , bahan tersebut berada dalam keadaan normal sehingga memiliki resistansi listrik. Pada logam normal yang bersifat konduktor, resistivitas tidak dapat mencapai nol. Grafik hubungan antara resistivitas terhadap temperatur ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.5. Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur

2.3 Tipe Superkonduktor

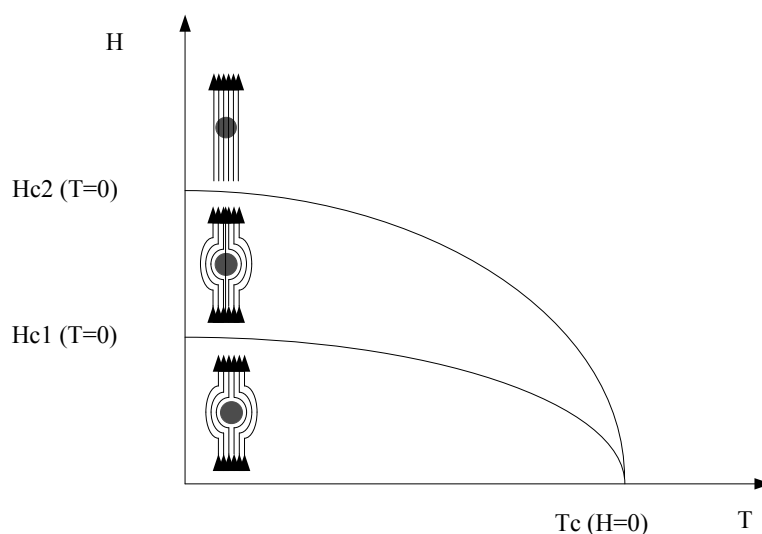
2.3.1 Superkonduktor Tipe I

Superkonduktor tipe I dapat dijelaskan oleh teori BCS (Bardeen, Cooper dan Schrieffer) melalui pasangan elektron. Semua material superkonduktor memiliki sifat diamagnetik sempurna. Suseptibilitas (χ_m) superkonduktor berorde sebesar -10^{-4} atau lebih kecil. Superkonduktor tipe I ditandai dengan resistivitas bernilai nol, terjadi efek *Meissner* ketika di bawah nilai medan kritis ($< H_c$) dan sifat superkonduktivitas hilang ketika di atas nilai medan kritis ($> H_c$). Hal ini dapat dijelaskan pada Gambar 2.6. Superkonduktor tipe I ini berupa unsur-unsur tunggal. Unsur-unsur ini meliputi Be, La, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Mo, W, Tc, Re, Ru, Os, Ir, Zn, Cd, Hg, Al, Ga, In, Tl, Sn, Pb, Th, Pa, U, Np dan Am. Unsur-unsur lain yang di bawah tekanan tinggi menjadi superkonduktor yaitu Cs, Ba, Y, Ce, Si, Ge, P, As, Sb, Bi, Se, Te dan Lu (Bennemann dan Ketterson, 2008).

2.3.2 Superkonduktor Tipe II

Superkonduktor tipe II akan menolak medan magnet yang diberikan tetapi perubahan sifat kemagnetan tidak secara tiba-tiba melainkan bertahap. Superkonduktor ini memiliki dua medan kritis (H_{c1} dan H_{c2}). Pada medan lemah ($H < H_{c1}$) terjadi efek *Meissner*. Pada $H_{c1} < H < H_{c2}$ terjadi efek *Meissner* parsial karena sebagian fluks magnetik menerobos spesimen superkonduktor. Ketika $H > H_{c2}$, sifat superkonduktivitas hilang di mana fluks magnet dapat menembus bahan superkonduktor seluruhnya. Fenomena ini dapat dijelaskan pada Gambar 2.7. Superkonduktor tipe II berupa campuran (*alloy*), diantaranya NbTi, NbN, V_3Ga , V_3Si , Nb_3Sn , Nb_3Al , Nb_3Ge , $PbMo_6S_8$, Rb_3C_{60} , $(La_{1-x}M_x)_2CuO_4$, $YBa_2Cu_3O_7$, $YBa_2Cu_4O_8$, $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$, $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$, $TlM_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3}$, $HgBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+2}$, MgB_2 , FeAs, LaFeAsO, $BaFe_2As_2$, LiFeAs, $Sr_4V_2O_6Fe_2As_2$, FeSe, $FeSe_{1-x}Te_x$ dan $K_xFe_{2-y}Se_2$.

Sedangkan hubungan antara medan magnet dengan temperatur pada superkonduktor tipe II diilustrasikan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.6. Berbagai keadaan pada superkonduktor tipe II

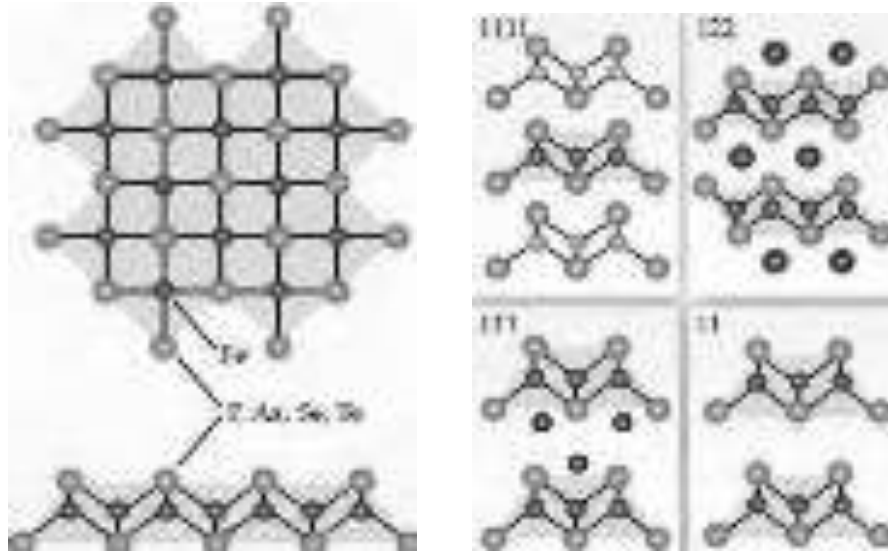
2.4 Superkonduktor FeSe

Superkonduktor berbasis Fe ditemukan pada tahun 2008. Struktur kristal superkonduktor berbasis Fe dicirikan terdiri dari lapisan FePn atau FeCh (Pn: *Pnictogen*, Ch: *Chalcogen*). Fe pniktida mengandung Fe dan unsur dari golongan VA, terutama fosfor (P) dan arsen (As) sedangkan Fe kalkogenida mengandung Fe dan unsur dari golongan VI A, terutama selenium (Se) dan telurium (Te). Superkonduktor berbasis Fe dikategorikan ke dalam famili “1111” dengan bentuk umum ReOFePn (Re: *Rare Earth*, Pn: *Pnictogen*), “122” dengan bentuk umum AeFe₂Pn₂ (Ae: *Alkaline – Earth metal*), “111” dengan bentuk umum AFePn (Pn: *Pnictogen*) dan “11” dengan bentuk umum FeCh (Ch: *Chalcogen*).

FeCh yang mengandung Fe dan unsur dari golongan VI A didefinisikan sebagai *chalcogen* yang secara umum ditujukan untuk sulfida (FeS), selenida (FeSe) dan telurida (FeTe) dibandingkan oksida (Mousavi *et al* dalam Lennie *et al* dan Hsu *et al*, 2014). Semua FeCh ini memiliki struktur kristal PbO. Berkurangnya jari-jari *chalcogen* menjadikan struktur PbO cenderung menjadi tidak stabil. Dari ketiga FeCh tersebut, senyawa FeTe yang paling stabil.

Superkonduktor Fe selenida (FeSe) dengan T_c 8 K ditemukan oleh Hsu *et al* pada tahun 2008. FeSe memiliki struktur tipe PbO dengan *space group* P4/nmm yang tersusun oleh lapisan Fe₂Se₂. Superkonduktor berbasis Fe memiliki struktur berlapis dan properti fisik dua dimensi seperti pada Gambar 2.14 tetapi FeSe memiliki struktur yang sederhana di antara senyawa lainnya (Mousavi *et al* dalam McQueen *et al*, 2014). Struktur kristal superkonduktor FeSe_{0,88} yang

berhasil disintesis oleh Hsu *et al* yang ditunjukkan pada Gambar 2.15 memiliki parameter kisi $a = b = 0,37676$ nm dan $c = 0,54847$ nm.



Gambar 2.7. Struktur berlapis dari famili “1111”, “122”, “111” dan “11”

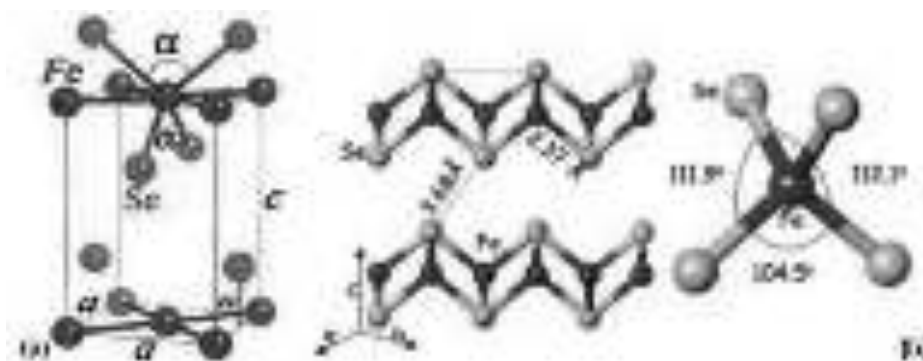
(Mousavi *et al* dalam Kenji *et al*, 2014)



Gambar 2.8. Struktur kristal $\text{FeSe}_{0,88}$ (Hsu *et al*, 2008)

FeSe memiliki transisi struktur pada temperatur rendah yang tidak seperti pada superkonduktor berbasis Fe lainnya. Mizuguchi *et al* menganggap transisi fase struktur merupakan faktor kemungkinan sehingga dihasilkan nilai temperatur kritis (T_c) yang rendah dan fraksi volume superkonduktivitas dalam FeSe yang lebih kecil dibandingkan superkonduktor berbasis Fe lainnya.

Parameter kisi (panjang ikatan dan sudut) yang ditunjukkan pada Gambar 2.16 memiliki hubungan erat dengan sifat superkonduktivitas FeSe. Empat atom Se berada di atas dan di bawah bidang Fe dengan tinggi $h = zc$ dan membentuk tetrahedron dengan panjang ikatan Fe-Se $[(a/4)+z^2c^2]^{1/2}$, sudut ikatan Se-Fe-Se $\alpha = \tan(a/2zc)$ dan jarak interlayer Se-Se dengan $c_{\text{Se-Se}} = c(1-2z)$ dan jarak Se-Se $d_{\text{Se-Se}} = [(a^2/2)+c^2_{\text{Se-Se}}]^{1/2}$.



Gambar 2.9. (a) Struktur FeSe dengan parameter kisi a dan c . Posisi Se atau tinggi anion dari bidang Fe zc dan sudut ikat α . (b) Nilai parameter kisi dalam kondisi standar (Margadonna *et al*, 2009)

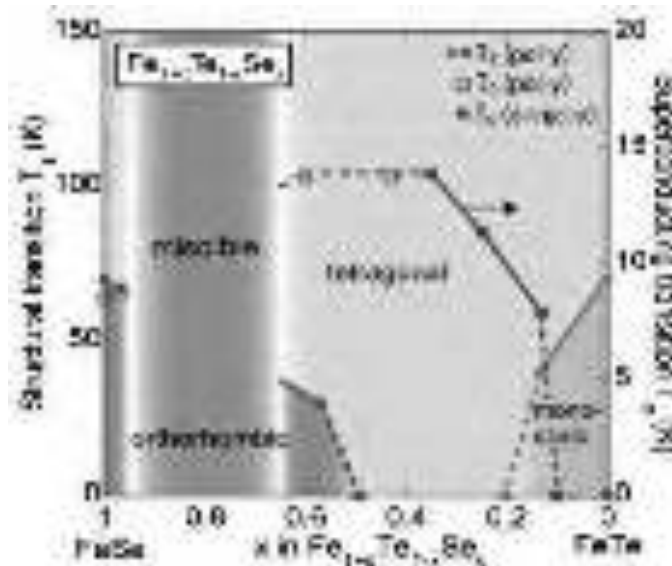
Mizuguchi *et al* telah mengungkapkan hubungan antara rasio c/a dengan temperatur kritis (T_c) dimana T_c tertinggi dimiliki oleh c/a hanya di atas 1,464 (Mizuguchi dan Takano, 2010). Sedangkan secara teoretis dan eksperimen, tinggi anion di atas Fe (zc) yang berhubungan dengan sudut ikat Se-Fe-Se merupakan parameter utama yang mempengaruhi T_c . Ketergantungan tinggi anion terhadap T_c dalam superkonduktor berbasis Fe membentuk kurva simetri dengan puncak sekitar 1,38 Å yang diringkas dalam Gambar 2.17.

2.5 Substitusi Selenium (Se) oleh Tellurium (Te)

Substitusi dalam FeSe dapat terjadi pada Fe atau Se. Substitusi pada Fe secara umum merusak superkonduktivitas sedangkan substitusi pada Se dapat meningkatkan nilai temperatur kritis (T_c) (Mousavi *et al*, 2014). Yeh *et al* berhasil mensintesis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ dengan temperatur kritis 15,2 K pada $x = 0,5$. Pendopongan Te dihubungkan dengan kestabilan *spin density wave state* FeTe yang lebih tinggi dibanding FeSe di mana T_c meningkat dengan pendopongan Te. Temperatur kritis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ meningkat tanpa perubahan konsentrasi pembawa muatan dan munculnya deformasi struktural hasil pendopongan Te ketika Se^{2-} digantikan oleh Te^{2-} . Peningkatan T_c berhubungan dengan hasil deformasi struktural dari pendopongan Te. Pergantian Se oleh Te dengan jari-jari atom yang lebih besar menurunkan simetri kristal $P4/nmm$ dengan penurunan sudut Fe-Se-Fe membentuk 104° . Substitusi Te dapat meningkatkan kestabilan struktur kristal (PbO-tetragonal) yang penting untuk terjadinya superkonduktivitas. Fe_{1+x}Se stabil pada rentang $x = 0,01 - 0,025$ dan sangat sensitif dalam pengkondisian selama sintesis. Sedangkan Fe_{1+y}Te tetragonal stabil dalam rentang komposisi $y = 0,06 - 0,17$. Substitusi Se oleh Te juga meningkatkan medan magnet kritis (H_c). Ketika pendopongan Te 70%, $H_c(0)$ meningkat dari 16,3 T (dalam FeSe) hingga 96,9 T melebihi batas paramagnetik Pauli (Lei *et al*, 2012).

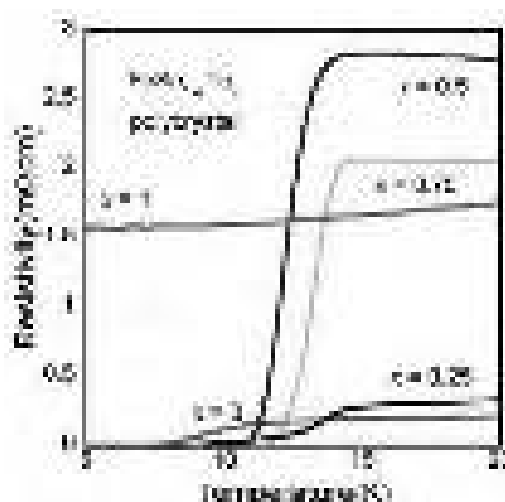
$\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ dengan kenaikan komposisi Te menunjukkan transisi struktur dari tetragonal ($P4/nmm$) ke ortorombik ($Cmma$). Mizuguchi *et al* menetapkan diagram fase $\text{Fe}_{1+d}\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ dengan mengkombinasikan hasil eksperimental dan teori yang ditunjukkan pada Gambar 2.18. Temperatur kritis yang tinggi terjadi

pada fase tetragonal mendekati $x = 0,5$. Kenaikan komposisi Te memicu transisi struktur tetragonal-ortorombik, mengurangi temperatur kritis dan bersifat anti-feromagnetik bersamaan dengan munculnya distorsi tetragonal-monoklinik.



Gambar 2.12. Diagram fase $\text{Fe}_{1+d}\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ (Mizuguchi dan Takano, 2010)

Komposisi dan parameter struktur merupakan parameter kontrol superkonduktivitas yang sangat signifikan dalam $\text{Fe}_y(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)$. Pengaruh komposisi Te terhadap temperatur kritis (T_c) ditunjukkan pada Gambar 2.19.



Gambar 2.13. Efek komposisi Te terhadap resistivitas $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ (Mizuguchi dan Takano, 2010)

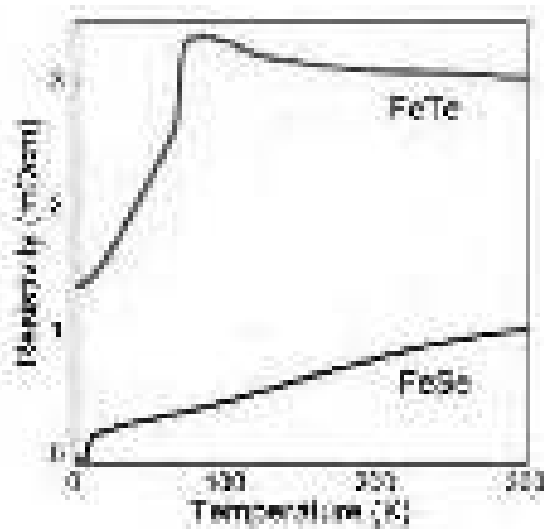
Komposisi Te berhubungan dengan komposisi Fe di mana substitusi Te memperluas parameter kisi sumbu-c dan dapat mengakibatkan intersisi Fe dalam sel satuan dengan jumlah yang besar. Hal ini menunjukkan bahwa rasio c/a optimum sesuai dengan nilai T_c .

Perbedaan yang jelas antara struktur FeSe dan $\text{Fe}(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)$ berupa ketidakteraturan anion yang dikenal sebagai substitusi Te. Tinggi anion Te dan Se memiliki perbedaan yang signifikan. Hasil analisa XRD mengindikasikan bahwa tinggi kalkogen Se sebesar 1,478 Å dan Te sebesar 1,718 Å, panjang ikatan Fe-Se bernilai 0,154 Å yang lebih pendek dibanding ikatan Fe-Te dan ketidakteraturan simetri atom Fe oleh pemisahan ikatan Fe-Ch dalam senyawa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ lebih rendah. Parameter struktur (seperti tinggi anion) merupakan faktor penting dalam menjelaskan T_c dalam superkonduktor berbasis Fe. Ketidakteraturan anion ini harus dipertimbangkan secara teoretis dalam Fe *chalcogen*. Pada substitusi Te 50%, meskipun ketidakteraturan Se/Te signifikan tetapi superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ menunjukkan potensi untuk mendapatkan T_c yang tinggi.

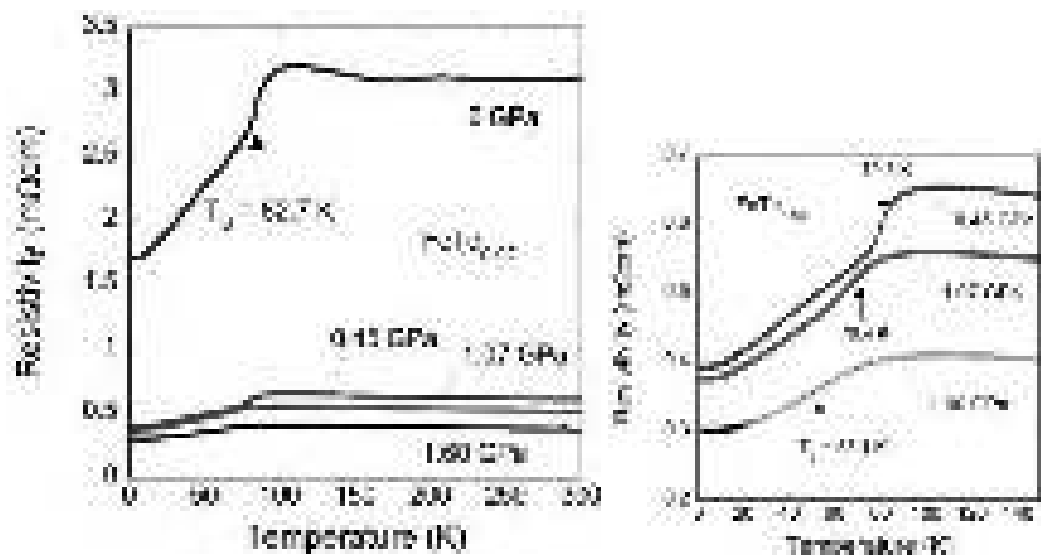
2.6 Material FeTe

Struktur kristal tetragonal pada FeTe analog dengan struktur kristal superkonduktor FeSe tetapi FeTe tidak menunjukkan transisi superkonduktivitas dan mengalami transisi struktur dari tetragonal menuju ortorombik pada temperatur sekitar 80 K (Y. Mizuguchi, 2008a). Struktur kristal FeTe tetragonal ditunjukkan pada Gambar 2.22. Perbandingan superkonduktivitas FeTe dengan FeSe dapat dilihat pada Gambar 2.20. Superkonduktivitas FeTe juga tidak terjadi

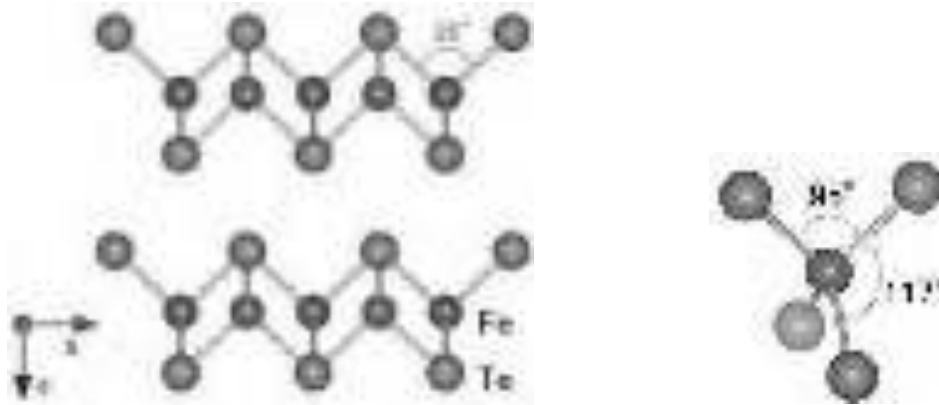
meskipun dengan memberikan tekanan hingga 1,6 GPa. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 2.21.



Gambar 2.14. Superkonduktivitas pada FeTe dan FeSe (Mizuguchi dan Takano, 2010)



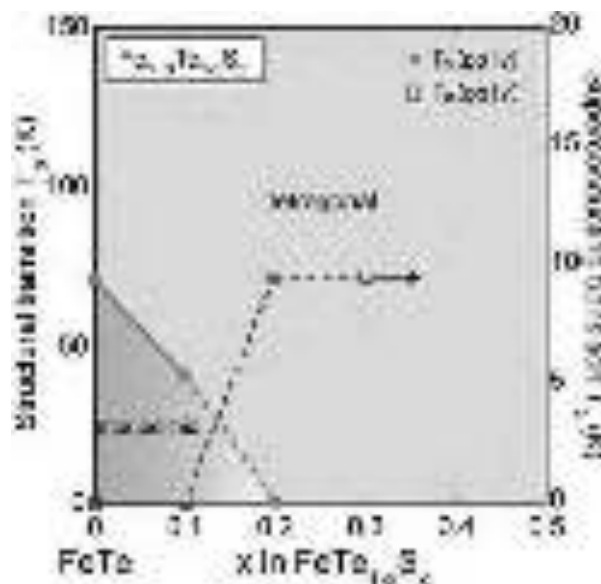
Gambar 2.15. Pengaruh tekanan terhadap temperatur transisi FeTe (Mizuguchi, *et al*, 2008a)



Gambar 2.22. Struktur kristal FeTe dengan ion Fe (berwarna hitam) dan Te (berwarna emas) (Mizuguchi *et al*, 2008a)

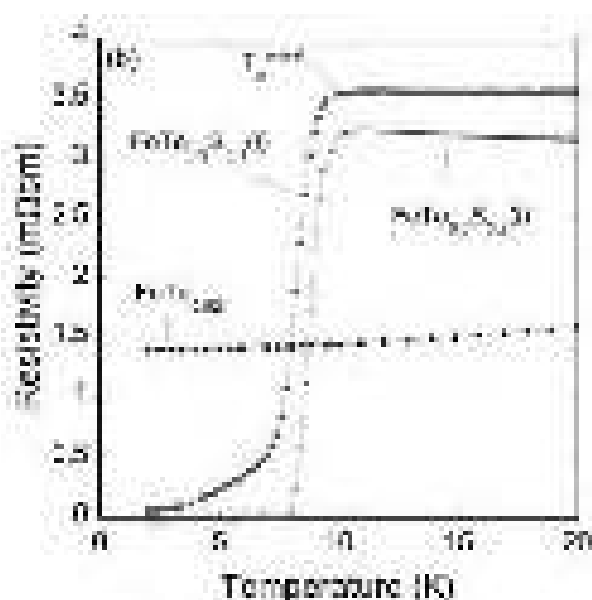
2.7 Substitusi Sulfur (S)

Sulfur (S) berpotensi sebagai material *alloying* pada FeTe. Sulfur memiliki elektron valensi sama dengan Te tetapi jari-jari atomnya lebih kecil sehingga substitusi sulfur tepat dilakukan. Substitusi sulfur pada posisi Te mengakibatkan terjadinya superkonduktivitas.



Gambar 2.17. Diagram fase superkonduktor FeTe_{1-x}S_x (Mizuguchi dan Takano, 2010)

Substitusi sulfur mempengaruhi pembentukan fase superkonduktor. Berdasarkan Gambar 2.23, FeTe tanpa substitusi sulfur dan FeTe dengan substitusi sulfur hingga 20% mengakibatkan terbentuknya struktur kristal monoklinik dan tetragonal. Sedangkan substitusi sulfur diatas 20% mengakibatkan terbentuknya struktur tetragonal yang merupakan fase superkonduktor (fase β). Dari hasil penelitian Yoshikazu Mizuguchi, *et al* terhadap superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ yang diilustrasikan pada Gambar 2.24 menunjukkan bahwa ketika $x = 0,2$ diperoleh $T_c^{\text{onset}} = 10 \text{ K}$ dan $T_c^{\text{zero}} = 7,8 \text{ K}$.



Gambar 2.18. Hubungan resistivitas terhadap temperatur (Mizuguchi *et al*, 2008b)

2.8 Pemaduan Mekanik

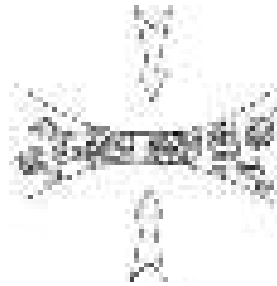
Pemaduan mekanik atau *mechanical alloying* (MA) merupakan metode metalurgi serbuk yang melibatkan dua serbuk penyusun atau lebih dengan distribusi ukuran yang heterogen yang akan mempengaruhi sifat bahan dan mekanisme pembentukan fase suatu bahan. Proses tersebut menghasilkan

perubahan ukuran butir dan ukuran kristal sehingga homogenitas bahan menjadi lebih baik dan mengurangi terjadinya porositas (Pratapa, 2009).

Pada teknik pemaduan mekanik terjadi proses penggilingan bola di mana suatu campuran serbuk ditempatkan dalam suatu wadah penggilingan dipadu dengan dikenai benturan bola-bola berenergi tinggi. Paduan yang terbentuk melalui metode tersebut tergantung pada komponen, parameter proses dan mekanisme pemaduan mekaniknya (Maulana, 2008). Di dalam sistem pemaduan mekanik, mekanisme terjadinya pemaduan serbuk logam merupakan pengulangan dari tiga tahapan proses yaitu proses deformasi (*deformation*), pengelasan dingin (*cold welding*) dan pematahan (*fracturing*). Pemaduan mekanik akan berhasil apabila ketiga tahapan tersebut berlangsung secara seimbang. Jika salah satu tahapan di atas terlalu dominan terhadap yang lain maka akan dihasilkan produk yang tidak sempurna. Misalnya apabila tahapan pengelasan dingin terlalu dominan maka akan dihasilkan produk serbuk paduan yang menggumpal (Prajitno dan Wiryolukito, 1999).

Setiap dua bola *grinding* yang bertumbukan, sejumlah serbuk terjebak di antara dua bola tersebut. Sekitar 1.000 partikel dengan massa sekitar 0,2 mg terjebak selama tumbukan. Hal ini dijelaskan pada Gambar 2.25. Jika serbuk awal merupakan partikel logam halus, lapisan yang rata mengalami *overlap* dan membentuk pengelasan dingin (*cold welds*). Hal ini menyebabkan terjadinya pembentukan partikel serbuk komposit berlapis yang terdiri dari berbagai kombinasi bahan awal. Bahan penyusun yang lebih rapuh (*brittle*) cenderung tersumbat oleh bahan yang ulet (*ductile*) dan terjebak dalam komposit. Pengerasan partikel serbuk komposit dapat patah (*fracture*) pada saat yang sama. Pengelasan

dingin (dengan deformasi plastis dan aglomerasi) dan patahan (pengurangan ukuran) terjadi secara terus menerus dan berulang selama periode penggilingan (*milling*). Proses ini menyebabkan struktur mikro yang halus dan homogen dapat diperoleh dan komposisi partikel serbuk sama dengan awal proporsi serbuk penyusun.



Gambar 2.19. Tumbukan bola-serbuk-bola dalam proses pemaduan mekanik (Suryanarayana, 2004)

Pemaduan mekanik terdiri dari tiga tahapan proses, meliputi :

1. Proses Tahap awal

Pada proses tahap awal, masing-masing partikel serbuk logam halus diratakan. Partikel rata yang berbeda membentuk komposit berlapis dari bahan awal. Ukuran partikel komposit bervariasi secara signifikan dari beberapa mikrometer hingga beberapa ratus mikrometer.

2. Proses Tahap Menengah

Pada penggilingan selanjutnya, pengelasan dingin dan patahan terus berlangsung yang mengarah ke perbaikan mikro struktur. Tumbukan bola-dinding, bola-bola, bola-serbuk menyebabkan terjadinya peningkatan temperatur

serbuk yang dapat meningkatkan difusi lebih lanjut. Pembentukan *alloy* terjadi karena penggabungan dari semua faktor tersebut.

3. Proses Tahap Akhir

Pada tahap ini, komposisi partikel serbuk mendekati komposisi awal pencampuran dan kekerasan partikel mencapai tingkat jenuh. Pada proses lebih lanjut, distribusi partikel tidak akan meningkat dan komposisi serbuk setara dengan campuran serbuk awal. Fenomena ini disebut *steady state*.

Dalam sistem Fe-Se, alloy FeSe pada komposisi tertentu sulit diperoleh dengan teknik konvensional akibat perbedaan titik leleh Fe (1535°C) dan Se (217 °C). ShengNan Zhang (2016) telah melakukan sintesis superkonduktor FeSe dengan dengan variasi waktu HEBM. Pada waktu HEBM 3 jam terdapat dua peak Se amorf pada sudut $2\theta = 21^\circ$ dan $2\theta = 30^\circ$ dan peak Fe. Pada waktu HEBM 4,5 jam terdapat satu peak Fe_3Se_4 amorf pada sudut $2\theta = 33^\circ$ dan peak Fe. Meningkatnya waktu HEBM dari 4,5 jam hingga 6 jam dapat mengurangi parameter kisi Fe dari $a = 2,867 \text{ \AA}$ menjadi $2,861 \text{ \AA}$. Jari-jari atom Se ($1,22 \text{ \AA}$) yang lebih kecil dibanding Fe ($1,72 \text{ \AA}$) menunjukkan bahwa Se dapat berdifusi ke atom Fe selama proses HEBM berlangsung. Dalam waktu HEBM yang lama, terjadi peningkatan nilai FWHM dari $0,149^\circ$ menjadi $0,161^\circ$ yang menunjukkan terjadinya pengurangan ukuran partikel. Dalam waktu HEBM 12 jam, tidak terdapat puncak Fe atau Fe_3Se_4 dan hanya terdapat tiga puncak yang mengindikasikan $\delta\text{-FeSe}$. Hal ini mengindikasikan bahwa reaksi Fe dan Se dapat dicapai selama proses HEBM dan fase $\delta\text{-FeSe}$ heksagonal terbentuk dengan ukuran partikel yang kecil.

FeSe yang disintesis oleh Yujuan Xia *et al* (2009) menunjukkan bahwa fase yang terbentuk dari hasil pemaduan mekanik dipengaruhi oleh waktu *milling*. Waktu *milling* yang semakin lama akan meningkatkan pembentukan fase δ -FeSe. *Multi phase* γ -Fe₇Se₈ heksagonal, β -FeSe tetragonal dan Fe terbentuk pada waktu *milling* ≤ 5 jam. Waktu *milling* selama 5 jam menghasilkan fase γ -Fe₇Se₈ heksagonal tipe NiAs dan sedikit fase β -FeSe tetragonal. Sedangkan pada waktu *milling* 10 jam, terbentuk fase tunggal (*single phase*) δ -FeSe.

2.8.1 Komponen Pemaduan Mekanik

Komponen pemaduan mekanik terdiri dari bahan baku, bola giling, wadah penggilingan dan alat penggiling bola. Bahan baku ini berupa serbuk yang memiliki ukuran berkisar 1 – 200 μm . Semakin kecil ukuran partikel serbuk maka proses pemaduan mekanik semakin efektif dan efisien. Serbuk dengan kemurnian tinggi akan menghasilkan paduan yang homogen dan menghindari terbentuknya paduan lain yang tidak diharapkan.

Bola giling sebagai komponen pemaduan mekanik berfungsi sebagai penghancur dan pemadu campuran serbuk sehingga terbentuk paduan baru. Agar tidak terjadi kontaminasi saat terjadi benturan dan gesekan antara serbuk, bola dan wadah penggilingan maka bola giling ini harus memiliki kekerasan yang tinggi. Wadah penggilingan berfungsi sebagai media penahan gerakan bola-bola giling dan serbuk selama proses penggilingan. Adanya penahan ini menyebabkan terjadinya benturan antara bola-bola giling, serbuk dan wadah penggilingan. Wadah penggilingan dan serbuk tidak boleh terdiri dari bahan yang sama karena

bahan yang sama memiliki kekerasan yang sama pula sehingga proses penghancuran serbuk tidak efektif dan efisien.

Wadah penggilingan dan serbuk yang berbeda dapat menyebabkan bahan serbuk terkontaminasi. Untuk menghindari terjadinya kontaminasi serbuk maka wadah giling yang digunakan harus memiliki kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan bahan serbuknya. Selain itu, kontaminasi serbuk juga dapat disebabkan oleh bahan wadah penggilingan dan bola penggiling yang berbeda. Sebagai solusinya maka kedua bahan tersebut dibuat sama atau berbeda tetapi kekerasannya tidak berbeda jauh.

High Energy Milling (HEM) merupakan alat penggiling bola yang mutakhir. Prinsip kerja dari HEM adalah pemanfaatan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding wadah penggilingan yang diputar dan digerakkan mengikuti pola gerakan wadah penggilingan yang berbentuk elips. Pergerakan wadah penggilingan saat proses penggilingan menyerupai angka 8 sehingga proses penghancuran serbuk menjadi lebih cepat dan lebih homogen. Pola gerakan elips memungkinkan pembentukan partikel-partikel serbuk berskala nanometer akibat tingginya frekuensi tumbukan yang terjadi. Tingginya frekuensi yang terjadi antara campuran serbuk dengan bola-bola penggiling disebabkan karena wadah penggilingan diputar pada kecepatan tinggi dan bentuk pola gerakan berbentuk elips tiga dimensi tersebut (Agusetiani dkk, 2013).

2.8.2 Parameter Proses Pemaduan Mekanik

Parameter proses pemaduan mekanik meliputi kecepatan penggilingan, waktu penggilingan dan perbandingan berat bola terhadap berat serbuk atau *ball*

to powder ratio (BPR). Jika kecepatan penggilingan terlalu tinggi maka temperatur komponen pemaduan mekanik meningkat sehingga mempercepat proses pemaduan mekanik. Di sisi lain, hal ini dapat menyebabkan kontaminasi pada campuran serbuk. Waktu penggilingan bergantung pada jenis mesin penggiling, intensitas penggilingan, *BPR* dan temperatur penggilingan. Waktu penggilingan yang terlalu lama dapat menyebabkan terjadinya kontaminasi pada campuran serbuk.

Perbandingan berat bola terhadap berat serbuk yang semakin tinggi menyebabkan frekuensi benturan semakin tinggi sehingga waktu pemaduan mekanik yang diperlukan semakin meningkat. Tingginya frekuensi benturan akan meningkatkan temperatur komponen pemaduan mekanik sehingga dapat menyebabkan terjadinya kontaminasi serbuk.

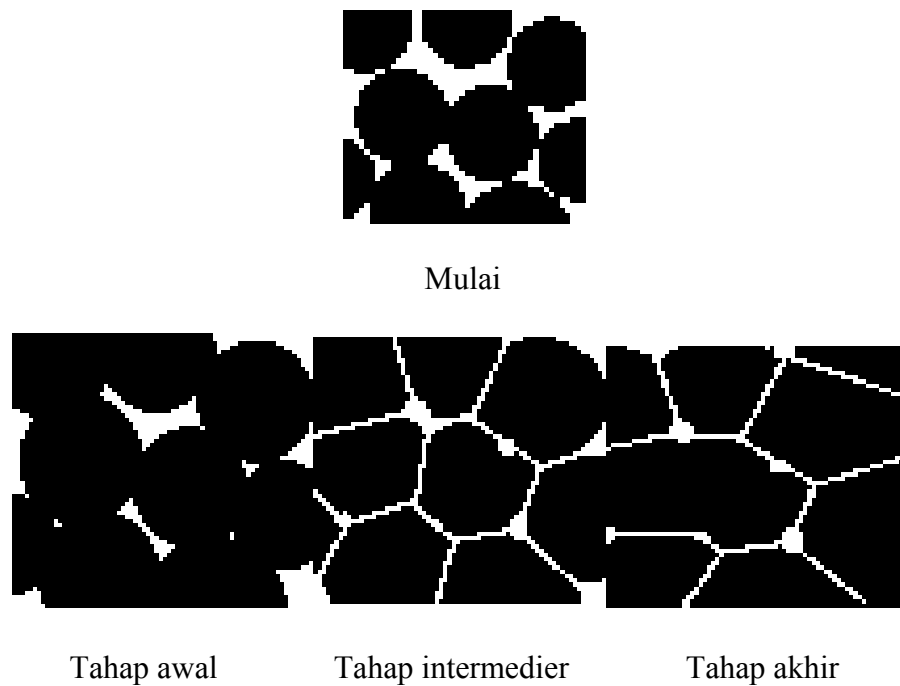
Jumlah maksimum bola penggiling dan serbuk dalam wadah penggilingan disyaratkan tidak lebih dari 50% volume wadah agar proses pemaduan mekanik berlangsung efektif dan efisien. Jika volumenya lebih dari 50% maka proses pemaduan mekanik membutuhkan waktu yang lebih lama karena ruang gerak bola penggiling terbatas.

2.9 Teknik Perlakuan Panas (*Heat Treatment*)

Perlakuan panas merupakan proses pemanasan dan pendinginan bahan yang terkontrol dengan maksud merubah sifat fisik untuk tujuan tertentu. Perlakuan panas terdiri dari beberapa tipe. Salah satunya berupa *sintering*. Proses *sintering* merupakan proses penyatuan partikel-partikel bahan dengan difusi zat padat. Tahapan ini mampu menghilangkan pori-pori di antara partikel awal

kemudian bersenyawa dan tumbuh bersama dan menghasilkan ikatan yang kuat di antara partikel-partikel yang berdekatan. *Sintering* dilakukan dengan pemanasan cuplikan yang telah dicetak berbentuk pelet pada temperatur tinggi tertentu. Penurunan temperatur dari temperatur *sintering* secara teratur dan perlahan dilakukan untuk proses pengurangan tekanan internal, menstabilkan bentuk dimensi dan memperhalus ukuran butir. Dengan demikian tahapan *annealing* tidak perlu dilakukan (Margono, 1997).

Terdapat tiga tahapan *sintering* (Oktara dkk, 2007):



Gambar 2.20. Pertumbuhan ikatan mikrostruktur antar partikel selama proses *sintering* (German, 1994)

1. Tahap awal

Secara mikrostruktural pada keadaan awal terdapat pemuaian, belum terjadi proses *sintering* dan susunan partikel tidak berubah. Selama

sintering tahap awal terjadi penyusunan kembali (*rearrangement*), yaitu sedikit gerakan atau rotasi partikel untuk mempertinggi jumlah kontak antar partikel dan pembentukan kaitan antar butir (*neck*).

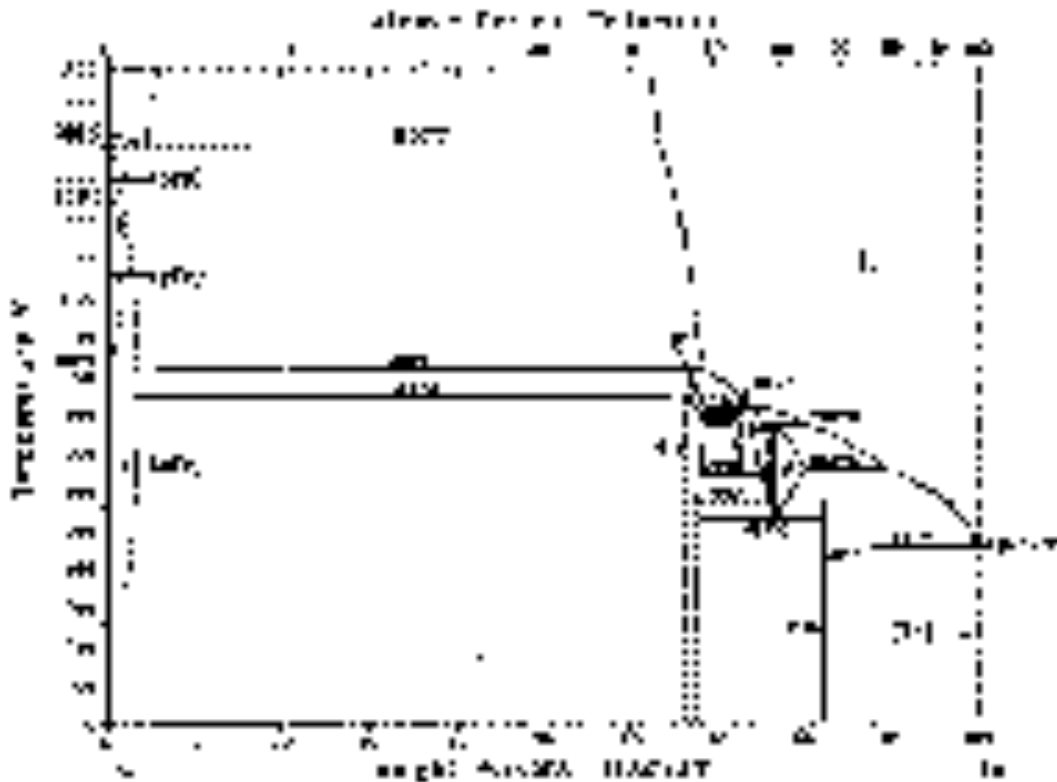
2. Tahap intermedier (kedua)

Pada tahap kedua ukuran kaitan antar butir tumbuh dan porositasnya menurun dikarenakan partikel-partikel saling mendekat. Pada tahap ini mulai terjadi pertumbuhan butir (*grain growth*), terbentuk pori yang berbentuk pipa, jarak antar butir semakin dekat dan terjadi penyusutan.

3. Tahap akhir

Pada tahap ini pori yang berbentuk pipa akhirnya menjadi pori yang bulat, ukuran butir meningkat dan laju penyusutan pori lebih kecil.

Berdasarkan diagram fase FeTe yang ditunjukkan pada Gambar 2.27, fase β -FeTe dengan space group P4/nmm terbentuk pada rentang temperatur 0°C - 844°C. Temperatur yang terlalu tinggi dalam *sintering* $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dapat mengakibatkan terjadinya penguapan pada sulfur. Titik lebur dan titik didih Fe, Te dan S memiliki perbedaan yang signifikan. Fe memiliki titik lebur 1.538°C dan titik didih 2.862°C, Te memiliki titik lebur 449,51°C dan titik didih 988°C dan S memiliki titik lebur 115,21°C dan titik didih 444,6°C. Diantara ketiga unsur tersebut, sulfur mempunyai titik lebur dan titik didih terendah. Temperatur pada proses *sintering* biasanya dilakukan dibawah titik leleh bahan dasarnya (sekitar 60% - 80% dari titik leleh bahan dasarnya) (Zatalini dalam Van Vlack, 2013).



Gambar 2.21. Diagram fase Fe-Te (Baker, 1998)

ShengNan Zhang (2016) telah memberikan perlakuan *sintering* dengan temperatur 700°C selama 12 jam terhadap FeSe yang sudah dipreparasi dengan waktu *milling* 3 jam, 4,5 jam, 6 jam dan 12 jam. Hasil uji XRD terhadap komposisi fase bulk FeSe setelah *sintering* dengan waktu HEBM 3 jam menunjukkan komposisi δ -FeSe yang kecil dan komposisi β -FeSe mencapai 83,5%. Meningkatnya waktu HEBM dari 4,5 jam hingga 6 jam menunjukkan komposisi β -FeSe dalam bulk mencapai > 98 % dan tidak terdapat δ -FeSe. Komposisi Fe dalam FeSe dengan waktu HEBM 4,5 jam lebih tinggi dari 6 jam dapat berpengaruh terhadap sifat superkonduktivitas. Sedangkan hasil *sintering* FeSe dengan waktu HEBM 12 jam, semua peak menunjukkan δ -FeSe dan tidak teramati β -FeSe.

ShengNan Zhang (2016) menarik kesimpulan bahwa efek proses HEBM pada pembentukan β -FeSe yaitu untuk memperpendek jalan difusi melalui pengurangan ukuran partikel dan untuk mencapai keseragaman serbuk sehingga kelebihan Se yang menekan pembentukan δ -FeSe dapat dicegah. Keseragaman Fe dan Se belum cukup dicapai dalam waktu HEBM 3 jam sehingga masih ada kelebihan Se yang membentuk Se amorf. Se dalam bulk menyebabkan terjadinya pembentukan fase δ -FeSe. Pada waktu HEBM 12 jam, terjadi pembentukan δ -FeSe amorf dan hanya δ -FeSe kristal yang terbentuk selama proses *sintering* sehingga tidak terdapat fase β -FeSe dalam bulk yang mengindikasikan bahwa fase δ -FeSe yang dihasilkan pada proses *milling* tidak dapat bertransformasi ke fase β -FeSe selama proses *sintering* dengan temperatur 700°C.

Yujuan Xia *et al* (2009) juga meneliti pengaruh temperatur *sintering* terhadap FeSe yang sudah dipreparasi menggunakan HEM selama 10 jam pada temperatur 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C selama 24 jam. *Sintering* FeSe dengan temperatur 300°C menghasilkan fase β -FeSe dalam jumlah yang besar dibanding fase δ -FeSe yang mengidentifikasikan bahwa fase δ -FeSe sebagian besar sudah bertransformasi ke fase β -FeSe. Pada *sintering* FeSe dengan temperatur 350°C, fase δ -FeSe sebagian besar hilang dan fase β -FeSe lebih dominan. Pada *sintering* FeSe dengan temperatur 400°C, fase δ -FeSe seluruhnya bertransformasi ke fase β -FeSe dan puncak difraksi menjadi lebih halus yang mengidentifikasikan bahwa fase β -FeSe yang dihasilkan memiliki kristalinitas yang tinggi. Pada *sintering* FeSe dengan temperatur 450°C, terjadi transformasi fase β -FeSe ke δ -FeSe sehingga muncul kembali fase δ -FeSe.

Yoshikazu Mizuguchi *et al* berhasil melakukan dua cara sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,1$ dan $x = 0,2$) pada tahun 2008. Superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ yang disintesis dengan cara pertama ini dilakukan dengan memanaskan serbuk Fe, Te dan S dalam *quartz tube* pada suhu 800°C selama 12 jam. Sampel lelehan yang dihasilkan memiliki permukaan hitam dengan butir kristal tunggal yang besar. Dari penelitian tersebut diperoleh $T_c^{\text{onset}} \text{FeTe}_{0,9}\text{S}_{0,1} = 10 \text{ K}$, $T_c^{\text{onset}} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 10,5 \text{ K}$ dan $T_c^{\rho \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 7,8 \text{ K}$. Medan magnet kritis $B_{c2}(0) \sim 102 \text{ T}$ dan $B_{\text{irr}}(0) = 56 \text{ T}$.

Sedangkan sintesis dengan cara kedua ini dilakukan secara bertahap. Serbuk TeS dengan perbandingan komposisi 1:1 dipanaskan pada suhu 400°C selama 12 jam dalam *quartz tube*. Campuran serbuk Fe, TeS dan Te dipanaskan pada suhu 600°C selama 12 jam dalam *quartz tube*. Sampel yang sudah dipanaskan kemudian dihancurkan dan dikompaksi menjadi pelet. Pelet tersebut selanjutnya dipanaskan kembali pada suhu 600°C selama 12 jam. Dari penelitian tersebut diperoleh $T_c^{\text{onset}} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 8,8 \text{ K}$ dan $T_c^{\rho \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 2,8 \text{ K}$ dibawah medan magnet 7 T.

Anand Pal and V. P. S. Awana melakukan sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,25$) pada tahun 2010. Superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ini disintesis dengan memanaskan pelet dalam *quartz tube* pada suhu 750°C selama 24 jam dan didinginkan secara perlahan hingga mencapai suhu ruang. Pelet yang sudah diberi perlakuan *sintering* kemudian digerus, ditekan dalam bentuk persegi dan diberi perlakuan *sintering* kembali dalam *quartz tube* pada suhu 750°C selama 12 jam. Pada proses selanjutnya, superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ diberi perlakuan *annealing* dalam aliran O_2 pada suhu 200°C selama 12 jam dan didinginkan hingga suhu

ruang. Dari penelitian tersebut diperoleh $T_c^{\text{onset}} \text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = 10 \text{ K}$ dan $T_c^{\text{p} \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = 5,5 \text{ K}$ dengan medan magnet sebesar 140 kOe.

Takako Kikegawa, Kazuki Sato dan Keisuke Ishikawa telah melakukan sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3$) pada tahun 2014. Superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ini disintesis dengan memanaskan campuran serbuk Te dan S dengan perbandingan komposisi 1:1 pada suhu 450°C selama 10 jam dalam *quartz tube*. Campuran serbuk Fe, TeS dan Te dalam rasio stokiometri $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dicetak dalam bentuk pelet dan dipanaskan pada suhu 600°C selama 12 jam dalam *quartz tube*. Pelet yang sudah diberi perlakuan *sintering* kemudian digerus dan dikompaksi menjadi pelet kembali dan dipanaskan pada suhu 750°C selama 12 jam. Sampel yang diperoleh selanjutnya diberi perlakuan *annealing* dengan atmosfer O_2 selama 2 jam. Dari penelitian yang telah dilakukan tersebut diperoleh $T_c^{\text{p} \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 3,4 \text{ K}$ dan $T_c^{\text{p} \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,7}\text{S}_{0,3} = 3,8 \text{ K}$ dan terjadi peningkatan $T_c^{\text{p} \rightarrow 0}$ setelah diberikan proses *annealing* hingga mencapai $T_c^{\text{p} \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,8}\text{S}_{0,2} = 5,2 \text{ K}$ dan $T_c^{\text{p} \rightarrow 0} \text{FeTe}_{0,7}\text{S}_{0,3} = 6,5 \text{ K}$ dengan $H_{c2}(0)$ pada $\text{FeTe}_{0,7}\text{S}_{0,3}$ sebesar 125 T.

2.10 Karakterisasi Superkonduktor

2.10.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar-X ditemukan oleh Wilhelm Conrad Roentgen pada tahun 1895. Roentgen menemukan sejenis radiasi yang keluar dari sebuah tabung muatan (*discharge tube*) yang karena misteriusnya diberi nama sinar-X. Sinar-X pada tabung muatan ini terbentuk dengan cara pemberian beda tegangan pada elektroda-elektroda tabung yang menghasilkan sinar elektron yang ditumbukkan ke bahan tertentu (Suminar, 2010).

Sinar X merupakan gelombang elektromagnetik yang memiliki energi antara 200 eV – 1 MeV dengan panjang gelombang 0,5 – 2,5 Å mendekati jarak antar atom kristal. Sinar X yang mengenai suatu bahan maka intensitas sinar X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas datang karena sinar X diserap oleh bahan dan hamburan oleh atom-atom bahan. Berkas sinar X yang fasenya berbeda akan saling menghilangkan dan saling menguatkan ketika fasenya sama sehingga menghasilkan berkas difraksi.

Difraksi sinar-X (*X-ray Diffractometer*) atau yang sering dikenal dengan XRD merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi bahan kristalit maupun non-kristalit, sebagai contoh identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fase (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Berkas difraksi sinar-X harus memenuhi hukum Bragg yang menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X merupakan kelipatan panjang gelombang. Secara matematis ditulis dalam persamaan :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2.3)$$

dengan :

d : jarak antar bidang atom-atom

hkl : indeks Miller

θ : sudut berkas datang

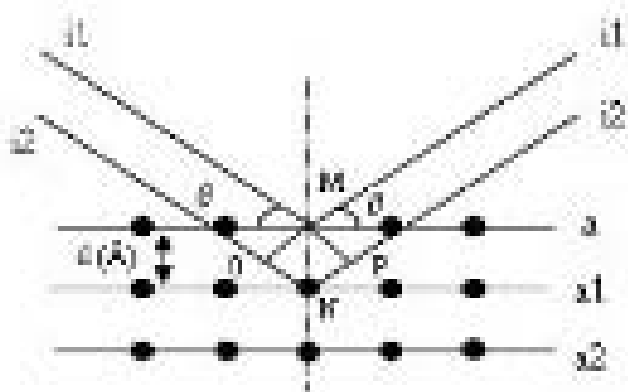
λ : panjang gelombang

Fenomena difraksi sinar-X pada suatu bahan dijelaskan pada Gambar 2.28. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang atom paralel a dan a_1 yang terpisah oleh jarak d . Dua berkas sinar-X i_1 dan i_2 bersifat paralel, monokromatik dan

koheren dengan panjang gelombang λ yang datang pada bidang dengan sudut θ . Jika kedua berkas sinar tersebut berturut-turut terdifraksi oleh M dan N menjadi $i1'$ dan $i2'$ yang masing-masing membentuk sudut θ terhadap bidang dan bersifat paralel, monokromatik dan koheren. Perbedaan panjang $i1 - M - i1'$ dengan $i2 - N - i2'$ sama dengan n kali panjang gelombang. Persamaan difraksi ini secara matematis ditulis dalam persamaan :

$$n\lambda = ON + NP \quad (2.4)$$

$$n\lambda = d \sin \theta + d \sin \theta = 2 d \sin \theta \quad (2.5)$$



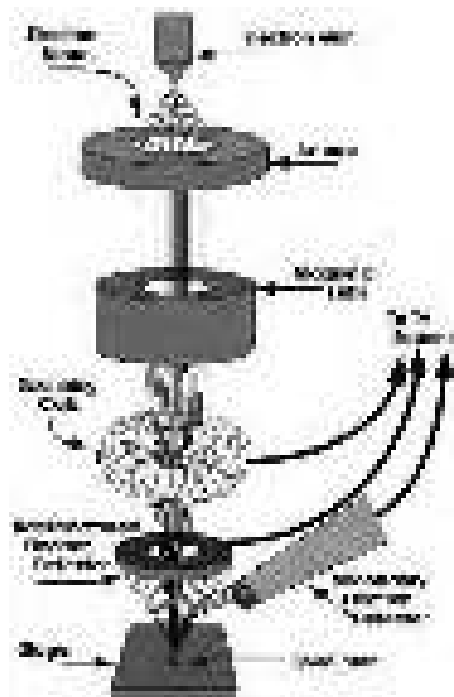
Gambar 2.22. Difraksi sinar X oleh atom-atom pada bidang (Ismunandar, 2006)

Sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katoda dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target dengan memberikan suatu voltase. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam target, karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Spektrum ini terdiri atas $K\alpha$ dan $K\beta$. Agar dihasilkan sinar-X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi maka digunakan filter. Tembaga merupakan bahan yang paling umum untuk difraksi kristal tunggal dengan panjang gelombang $\text{Cu } K\alpha = 1,540598\text{\AA}$. Sampel dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam

intensitas refleksi sinar-X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik.

2.10.2 *Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Analysis* (SEM - EDX)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menghasilkan gambar sampel dengan memindai berkas elektron terfokus. Elektron ini berinteraksi dengan elektron dalam sampel, menghasilkan berbagai sinyal yang dapat dideteksi dan yang mengandung informasi tentang topografi, morfologi dan komposisi sampel. Berkas elektron secara umum dipindai dalam pola scan raster dan posisi berkas dikombinasikan dengan sinyal yang terdeteksi untuk menghasilkan gambar (Kanungo, 2013). Skema prinsip kerja SEM dijelaskan pada Gambar 2.29.



Gambar 2.23. Skema prinsip kerja SEM (sumber: iastate.edu)

Kolom elektron berisi komponen-komponen *electron gun* (sumber elektron), lensa magnetik dan koil pemindai. Spesimen yang dianalisis diletakkan di dalam ruang spesimen. Sementara itu detektor-detektor elektron yang digunakan diletakkan di ruang spesimen. Kolom elektron maupun ruang spesimen harus selalu berada dalam keadaan vakum ketika instrumen sedang digunakan. Oleh karena itu, kolom elektron maupun ruang spesimen dihubungkan dengan sistem pompa vakum yang dapat menurunkan tekanan udara hingga 10 Pa (Fansuri dan Martianingsih, 2010).

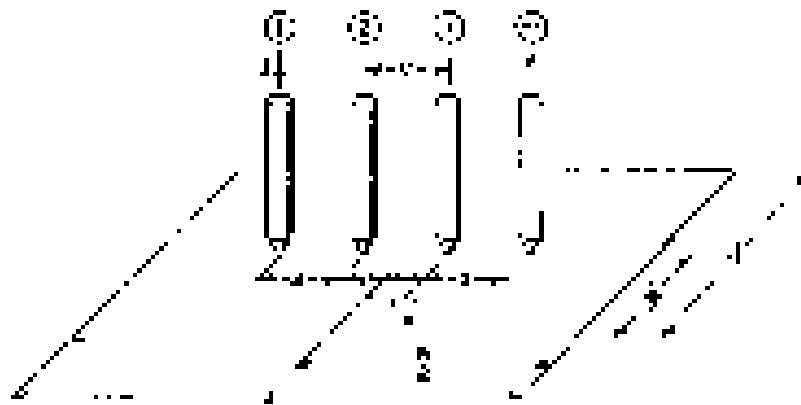
Elektron dihasilkan *electron gun* dan dipercepat oleh anoda. Elektron tersebut ditembakkan ke arah spesimen yang difokuskan oleh *condenser lens*. Sinar elektron yang terfokus kemudian memindai (*scan*) sampel yang diarahkan *scanning coils*. Ketika elektron mengenai spesimen yang diletakkan pada *stage*, spesimen mengeluarkan elektron baru. Elektron tersebut diperkuat dan besar amplitudonya ditampilkan pada layar monitor *Cathode Ray Tube* (CRT) dengan pola gelap-terang. Interaksi elektron dengan atom spesimen ini menghasilkan sinyal *Secondary Electron* dan *Backscattered Electron*.

Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDX) menggunakan spektrum sinar-X yang diemisikan oleh sampel padat dengan sinar elektron terfokus untuk mendapatkan analisis kimia suatu area. Analisis kualitatif EDX meliputi identifikasi garis dalam spektrum. Sedangkan analisis kuantitatif berupa penentuan konsentrasi unsur melalui pengukuran intensitas garis untuk setiap unsur dalam sampel dan untuk unsur-unsur yang sama dalam standar kalibrasi dari komposisi yang diketahui. Dengan *scanning* sinar dalam raster dan menampilkan intensitas garis sinar X dipilih, gambar distribusi unsur atau map

dapat dihasilkan. SEM juga dapat digunakan untuk mapping unsur jika ditambahkan spektrometer X-ray (Agarwal, 1991)

2.10.3 Cryogenic Magnet

Melalui pengukuran menggunakan alat *Four Point Probe* (FPP), dapat diketahui nilai resistansi, resistivitas dan magnetoresistansi suatu bahan. Pada *Four Point Probe* terdapat 4 titik kontak yang disentuh pada permukaan sampel yang dibuat berderet dalam satu garis lurus dengan jarak yang sama.



Gambar 2.24. Skema utama alat ukur FPP (Smits, 1957)

Keempat *probe* didesain agar dapat digerakkan naik - turun. Keempat *probe* diturunkan sampai menyentuh permukaan sampel sebelum arus dialirkan melalui *probe*. Arus I dialirkan melalui *probe* 1 dan *probe* 4 sehingga arus akan didistribusikan secara laminar melalui sampel dari *probe* satu menuju *probe* yang lainnya. Arus listrik yang konstan dialirkan sepanjang permukaan sampel melalui dua *probe* terluar (*probe* 1 dan 4) dengan selalu memberikan medan magnet eksternal secara bertahap. Ketika *probe* 2 dan 3 bersentuhan dengan sampel, tegangan drop diukur dengan Voltmeter. Dari variasi perubahan arus yang diberikan, diperoleh perubahan tegangan yang terukur. Karena aliran arus pada

probe 2 dan 3 sangat kecil sehingga dapat diabaikan sebab tegangan diukur dengan menggunakan voltmeter tegangan tinggi. Sampel yang memiliki resistansi terdapat penurunan tegangan ketika arus mengalir sepanjang sampel tersebut. Perubahan tegangan diukur melalui dua probe bagian dalam (probe 2 dan 3). Pola aliran arus pada FPP membentuk pola setengah bola sehingga luasan yang dialiri arus adalah $A = 2\pi x^2$ dan ujung probe paling luar merupakan superposisi dari arus maka $R = \frac{V}{I}$ sehingga diperoleh persamaan resistivitas sampel yang dirumuskan sebagai :

$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (2.6)$$

di mana :

ρ : Resistivitas ($\Omega \cdot \text{cm}$)

R : Resistansi (Ω)

A : Luas penampang (cm^2)

l : Panjang (cm)

Sistem peralatan *Cryogenic Magnet* juga bekerja berdasarkan prinsip pada *Four Point Probe* (FFP) sehingga dapat diamati resistivitas dalam variasi temperatur. Dalam peralatan ini, sistem pendinginnya menggunakan gas helium yang di *compress/expand* untuk menurunkan temperaturnya dengan parameter perubahan temperatur (1,5-300K) (Imaduddin, 2014). Resistivitas logam pada temperatur rendah dapat dinyatakan dengan rumus *Mathiessen* (Imaduddin dalam Rossiter, 2014).

$$\rho = \rho_{\text{res}} + \rho_{\text{ph}}(T) + \rho_{\text{m}} \quad (2.7)$$

$\rho_{\text{res}}(T)$ adalah resistivitas sisa akibat unsur pengotor pada logam, $\rho_{\text{ph}}(T)$ adalah resistivitas yang bergantung perubahan temperatur akibat interaksi elektron dan phonon dan ρ_{m} adalah resistivitas akibat medan magnet luar. Pada temperatur yang mendekati $T = 0 \text{ K}$, nilai $\rho_{\text{ph}}(T)$ mendekati nilai 0 akibat hilangnya interaksi elektron di dalam atom sehingga ρ_{res} merupakan nilai yang menentukan resistivitas benda.

Untuk melihat sifat asli elektron pada benda padat, diperlukan alat yang dapat mengkondisikan lingkungan menjadi temperatur super rendah. Untuk menciptakan kondisi super dingin tersebut, dipakai media pendingin berupa cairan nitrogen (hingga 79 K) maupun cairan helium (4,2 K). Perkembangan teknologi peralatan pendukung temperatur super dingin, maka untuk pendinginan dalam temperatur super rendah dapat memakai gas helium yang di *compress/expand* untuk menurunkan temperaturnya. Alat yang dapat digunakan untuk analisa sifat elektron tersebut yaitu *Cryogenic Magnet* dengan parameter perubahan temperatur (1,5-300K).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

1. Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, LIPI

Beberapa Laboratorium di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Tangerang Selatan yang digunakan sebagai tempat sintesis superkonduktor $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ meliputi Laboratorium korosi untuk penimbangan *powder* sampel, Laboratorium Pembentukan untuk proses *milling* dan kompaksi serbuk serta Laboratorium Pyrometalurgi untuk *sintering* sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$. Proses sintesis ini dilaksanakan pada 27 Januari 2016 – 27 April 2016.

Sedangkan laboratorium yang digunakan sebagai tempat karakterisasi sampel meliputi Laboratorium *Cryogenic magnet* dan Laboratorium *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Laboratorium *Cryogenic magnet* digunakan untuk karakterisasi temperatur kritis (T_c) sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$. Karakterisasi ini dilaksanakan pada 6 Maret 2016 – 4 Mei 2016. Laboratorium SEM untuk karakterisasi morfologi permukaan sampel. Penelitian ini dilaksanakan pada 28 Maret 2016 – 9 Mei 2016.

2. Laboratorium Fisika Material, Universitas Indonesia

Laboratorium Fisika Material, Universitas Indonesia, Depok digunakan sebagai tempat peletakan sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dalam *quartz ampoule*. Penelitian ini dilaksanakan pada 19 Februari 2016 – 27 Februari 2016.

3. UPT Laboratorium Terpadu, Universitas Diponegoro

Laboratorium *X-Ray Diffraction* (XRD), UPT Laboratorium Terpadu, UNDIP digunakan sebagai tempat karakterisasi fase – fase yang terbentuk dalam sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$. Pengujian ini dilaksanakan pada 28 Juni 2016 – 30 Juni 2016.

3.2 Variabel Penelitian

Beberapa variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Variabel bebas : Komposisi sulfur (15%, 20 %, 25% dan 30%).
2. Variabel terikat : Fase yang terbentuk, morfologi permukaan sampel dan temperatur kritis.
3. Variabel Kontrol : Laju *milling*, waktu *milling*, BPR, suhu *sintering* dan waktu *sintering*

3.3 Bahan dan Alat Penelitian

3.3.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

- | | |
|-------------------------------|--------------------------|
| 1. Serbuk Besi (Fe 90%) | 4. <i>Quartz ampoule</i> |
| 2. Serbuk Telurium (Te 99,8%) | 5. Gas argon (Ar) |
| 3. Serbuk Sulfur (S 99%) | |

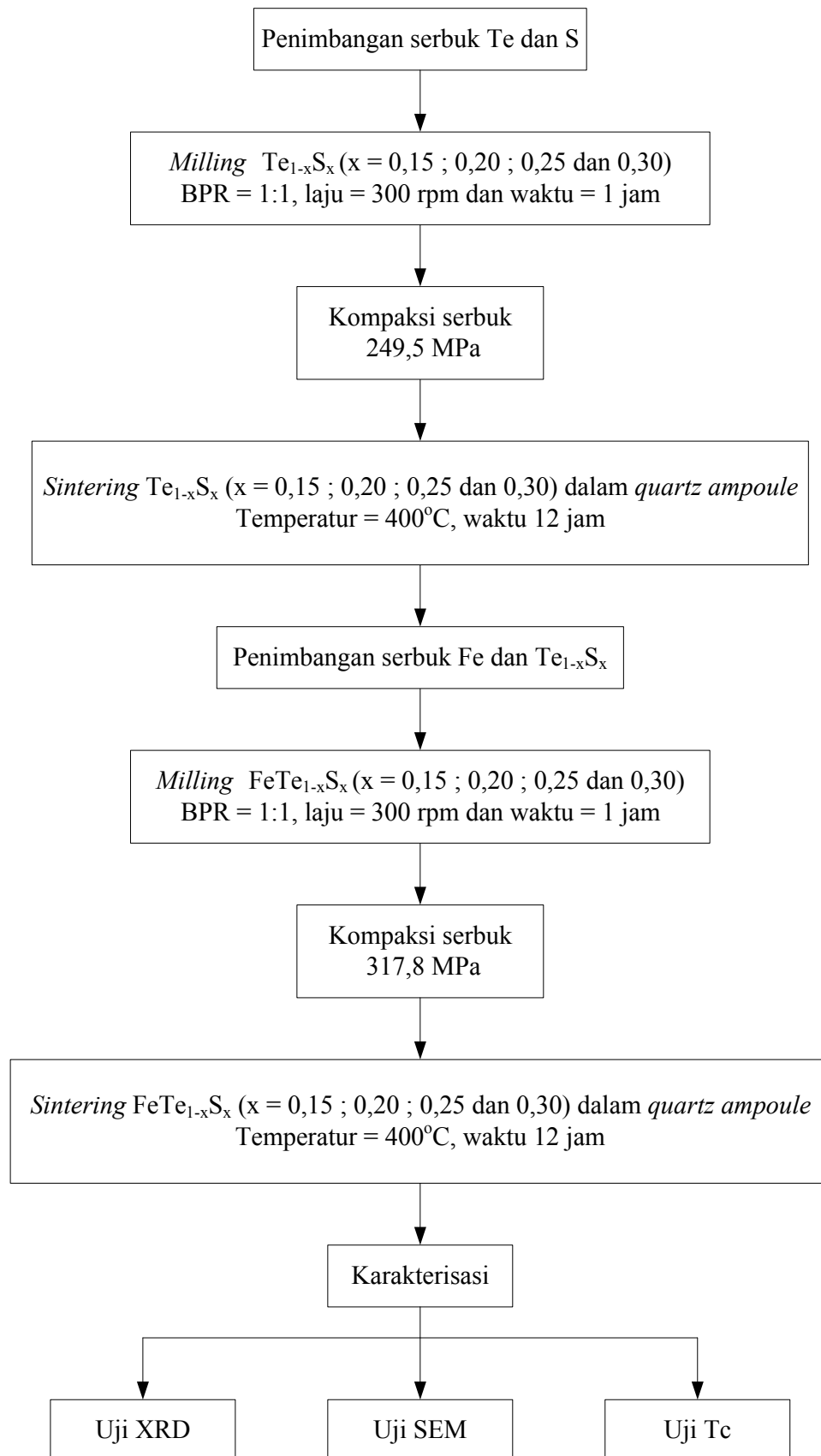
3.3.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini terdiri dari perangkat untuk sintesis dan karakterisasi $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$:

1. Perangkat untuk sintesis superkonduktor
 - a. Neraca digital
 - b. *High Energy Milling* (HEM) tipe Shaker Mill
 - c. Mesin kompaksi hidrolik (*hydraulic press*)
 - d. Tungku pemanas (*furnace*)
2. Perangkat untuk karakterisasi superkonduktor
 - a. *X-Ray Diffraction* (XRD)
 - b. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)
 - c. *Cryogenic Magnet* “Cryotron FR”

3.4 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui tahapan yang dituliskan dalam diagram alir pelaksanaan penelitian yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. Secara umum, tahapan ini dibagi menjadi empat yang meliputi tahap persiapan, tahap sintesis, tahap karakterisasi dan tahap analisis data sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$.



Gambar 3.1. Diagram alir pelaksanaan penelitian

3.4.1 Tahap Persiapan

Sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ disintesis dengan variasi komposisi sulfur 15%, 20%, 25% dan 30% ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$) sehingga dihasilkan perbandingan mol yang ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Variasi komposisi sampel

Sampel	Perbandingan mol Fe : Te : S
1	1,00 : 0,85 : 0,15
2	1,00 : 0,80 : 0,20
3	1,00 : 0,75 : 0,25
4	1,00 : 0,70 : 0,30

Massa Fe, Te dan S yang diperlukan sampel 1, 2, 3 dan 4 diperoleh melalui perhitungan sebagai berikut :

Sampel 1 : $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$

Massa $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15} = (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S}$

$$= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ g/mol}) + (0,85 \times 127,6 \text{ g/mol}) + (0,15 \times 32,064 \text{ g/mol})$$

$$= 55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram}$$

$$= 169,1166 \text{ gram}$$

Agar diperoleh massa 9 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\frac{1}{18,7907} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) = \frac{1}{18,7907} (\text{massa FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15})$$

$$\frac{1}{18,7907} (55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram}) = \frac{1}{18,7907} (169,1166 \text{ gram})$$

$$2,9720 \text{ gram} + 5,7720 \text{ gram} + 0,2559 \text{ gram} = 9 \text{ gram}$$

Jadi, massa Fe = 2,9720 gram, massa Te = 5,7720 gram dan massa S = 0,2559 gram

Massa Fe, Te dan S yang dibutuhkan pada $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$, $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ dan $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ yang ditunjukkan pada Tabel 3.2 diperoleh melalui perhitungan dengan cara yang sama seperti pada $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$. Perhitungan ini ditunjukkan pada Lampiran 1.

Tabel 3.2. Massa Fe, Te dan S yang dibutuhkan masing – masing sampel

Sampel ke-	Unsur	Massa Fe (gram)	Massa Te (gram)	Massa S (gram)
1	$\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$	2,9720	5,7720	0,2559
2	$\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$	3,0584	5,5904	0,3512
3	$\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$	3,1500	5,3979	0,4521
4	$\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$	3,2472	5,1935	0,5593

Massa Fe, Te dan S yang dibutuhkan dalam sampel 1 ($\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$), sampel 2 ($\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$), sampel 3 ($\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$) dan sampel 4 ($\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$) yang sudah diketahui selanjutnya dilakukan penimbangan dengan neraca digital yang

ditunjukkan pada Gambar 3.2. Penimbangan ini dilakukan dengan meletakkan serbuk Fe, Te dan S diatas kertas timbang yang kemudian dimasukkan ke dalam neraca digital yang sudah dikalibrasi dan dibersihkan dengan etanol sebelumnya.



Gambar 3.2. Neraca digital

3.4.2 Tahap Sintesis Sampel

3.4.2.1 Penggerusan dengan *High Energi Milling* (HEM)

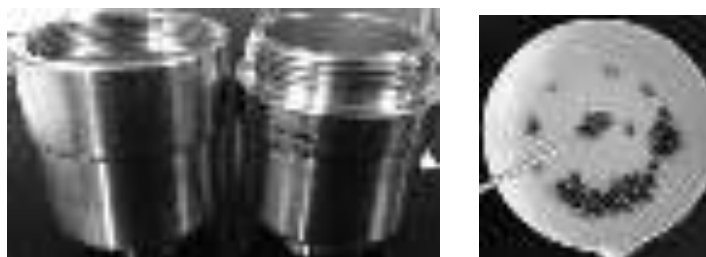
Metode pemaduan mekanik menggunakan *High Energi Milling* (HEM) tipe Shaker Mill ditunjukkan pada Gambar 3.3 yang dilakukan dengan meletakkan serbuk Te (5,7720 gram) dan S (0,2559 gram) sampel 1 yang sudah ditimbang dan massa *ball mill* 6,1 gram ke dalam vial yang ditunjukkan pada Gambar 3.4. Serbuk dan *ball mill* berbahan alumina (Al_2O_3) ini diletakkan ke dalam vial kemudian diisi dengan gas argon. Mesin HEM ini bekerja selama 3 menit dan istirahat 1 menit selama proses *milling* berlangsung.

Proses *milling* serbuk Se dan Te pada sampel 2 ($\text{Te}_{0,80}\text{S}_{0,20}$), sampel 3 ($\text{Te}_{0,75}\text{S}_{0,25}$) dan sampel 4 ($\text{Te}_{0,70}\text{S}_{0,30}$) dengan massa total sesuai perhitungan dan massa *ball mill* yang dibutuhkan dilakukan secara berurutan setelah selesai *milling*

sampel 1 ($\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$). *Milling* empat sampel ini dilakukan dengan parameter yang sama meliputi perbandingan massa serbuk terhadap massa total bola atau *Ball to Powder Weight Ratio* (BPR) sebesar 1:1, laju dan waktu *milling* sebesar 300 rpm selama 1 jam. Untuk membersihkan sisa-sisa serbuk sampel yang menempel pada vial dan *ball mill* maka dilakukan *milling* serbuk SiO_2 selama 20 menit di setiap pergantian sampel kemudian vial dibersihkan dengan etanol.



Gambar 3.3. *High Energi Milling* (HEM) tipe Shaker Mill



Gambar 3.4. Vial dan *ball mill*

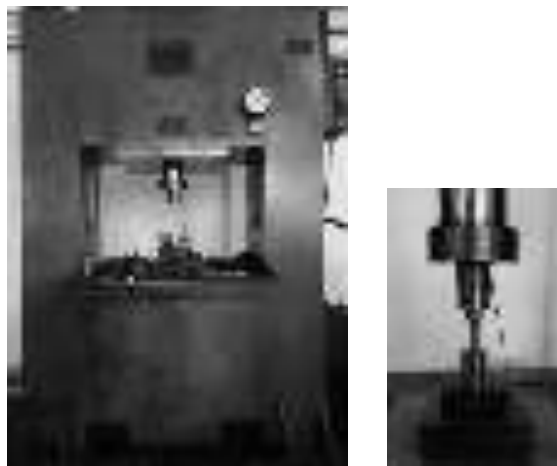
3.4.2.2 Kompaksi Serbuk

Hasil *milling* serbuk sampel 1 ($\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$) dengan massa 6,0279 gram dimasukkan ke dalam cetakan pelet (*dyes*) berbentuk silinder dengan diameter 10 mm yang ditunjukkan pada Gambar 3.5. Serbuk dalam cetakan tersebut kemudian dikompaksi menggunakan mesin kompaksi hidrolik (*hydraulic press*) dengan

meletakkan cetakan pada posisi tengah penekan yang ditunjukkan pada Gambar 3.6. Tekanan yang diberikan pada 6,0279 gram sampel sebesar 249,5 MPa.



Gambar 3.5. Cetakan pelet



Gambar 3.6. Mesin kompaksi hidrolik

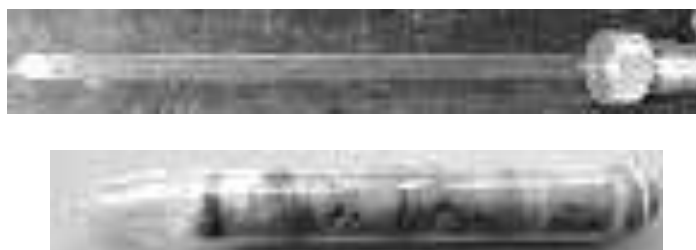
Kompaksi hasil *milling* serbuk sampel 2 ($\text{Te}_{0,80}\text{S}_{0,20}$), sampel 3 ($\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$) dan sampel 4 ($\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$) dilakukan dengan prosedur yang sama seperti pada sampel 1. Setiap pergantian kompaksi sampel, cetakan pelet dibersihkan dengan etanol untuk menghindari sisa-sisa serbuk yang menempel pada cetakan. Setiap sampel dibuat 3 pelet sehingga total pelet yang dihasilkan dari empat sampel sebanyak 12 pelet. Pelet hasil kompaksi ini ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7. Pelet $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ hasil kompaksi

3.4.2.3 Peletakan Sampel dalam *Quartz Ampoule*

Sampel 1 ($\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$), sampel 2 ($\text{Te}_{0,80}\text{S}_{0,20}$), sampel 3 ($\text{Te}_{0,75}\text{S}_{0,25}$) dan sampel 4 ($\text{Te}_{0,70}\text{S}_{0,30}$) dengan total 8 pelet yang masing-masing sampel sebanyak 2 pelet dimasukkan ke dalam *quartz ampoule* sepanjang 43 cm. Antara sampel satu dengan yang lain diberi sekat sehingga keempat sampel tidak bercampur yang ditunjukkan pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8. *Quartz ampoule* dan sampel dalam *quartz ampoule*

Permukaan *quartz ampoule* pada panjang 23 cm dari ujung peletakan sampel kemudian dipanaskan dengan oksi-asetilen yaitu pembakaran menggunakan gas asetilen (C_2H_2) sebagai bahan bakar dengan gas oksigen (O_2). Bagian *Quartz ampoule* yang sudah dipanaskan selanjutnya ditarik sehingga diameter *quartz ampoule* pada panjang 23 cm tersebut lebih kecil dari sekitarnya.

Pada proses selanjutnya, *quartz ampoule* yang sudah dipasang pada *holder* divakum dan dialirkan gas argon sebanyak tujuh kali secara berseling selama 2

jam. Proses ini dapat dilihat pada Gambar 3.9. Pengaliran gas argon di akhir proses diberikan dengan tekanan sebesar 0,8 bar sehingga *quartz ampoule* terisi gas argon. Pada akhir proses, *quartz ampoule* pada panjang 23 cm dari ujung peletakan sampel dipanaskan kembali dan ditarik perlahan hingga *quartz ampoule* tidak berlubang.



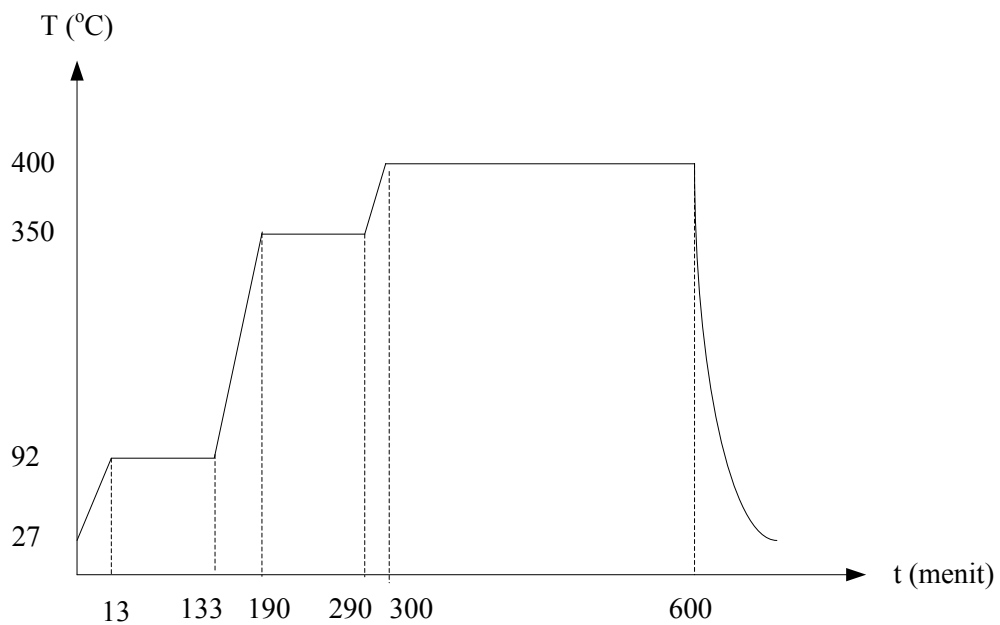
Gambar 3.9. Pemvakuman dan pengaliran argon dalam *quartz ampoule*

3.4.2.4 Sintering Sampel

Pelet sampel 1 ($\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$), sampel 2 ($\text{Te}_{0,80}\text{S}_{0,20}$), sampel 3 ($\text{Te}_{0,75}\text{S}_{0,25}$) dan sampel 4 ($\text{Te}_{0,70}\text{S}_{0,30}$) dalam *quartz ampoule* diberi perlakuan *sintering* di dalam *furnace*. Proses *sintering* ini dilakukan secara bertahap yang ditunjukkan pada Gambar 3.10. Sampel dipanaskan pada temperatur 92°C selama 120 menit kemudian dinaikkan pada temperatur 350°C selama 100 menit kemudian dinaikkan pada suhu 400°C dengan waktu tahan 300 menit. Laju *sintering* ini sebesar $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Pendinginan setelah proses *sintering* dilakukan secara alami di dalam *furnace* dalam keadaan tertutup selama 330 menit. Proses pemanasan ini ditunjukkan pada Gambar 3.11.



Gambar 3.10. *Furnace* untuk *sintering* $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$



Gambar 3.11. Diagram proses *sintering* $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$

Hasil *sintering* $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ ditunjukkan pada Gambar 3.12. Keempat sampel ini berwarna abu-abu dengan tekstur yang keras.



Gambar 3.12. Hasil *sintering* $\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$, $\text{Te}_{0,80}\text{S}_{0,20}$, $\text{Te}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ dan $\text{Te}_{0,70}\text{S}_{0,30}$
(berurutan dari kiri ke kanan)

$\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ yang sudah diberi perlakuan *sintering* kemudian digerus sampai berbentuk serbuk kembali. Serbuk $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ kemudian ditimbang untuk mengetahui massa sampel setelah proses *sintering*. Massa keempat sampel tersebut ditunjukkan pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3. Massa $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ (0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30)

Sampel	Massa mula-mula (gram)	Massa setelah proses (gram)
$\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ (sampel 1)	6,0279	5,0137
$\text{Te}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ (sampel 2)	5,9416	5,0082
$\text{Te}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ (sampel 3)	5,8500	4,7451
$\text{Te}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ (sampel 4)	5,7528	4,5853

Massa $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ keempat sampel setelah proses berkurang sekitar 1 gram sehingga massa total $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ yang akan diproses pada tahap selanjutnya

dikurangi menjadi 7 gram. Massa Fe dan $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ yang diperlukan sampel $\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dapat dicari melalui perhitungan sebagai berikut :

Sampel 1 : $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$

$$\begin{aligned}\text{Massa FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15} &= (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S} \\ &= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ g/mol}) + (0,85 \times 127,6 \text{ g/mol}) + (0,15 \times 32,064 \text{ g/mol}) \\ &= 55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram} \\ &= 169,1166 \text{ gram}\end{aligned}$$

Agar diperoleh massa 7 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\begin{aligned}\frac{1}{24,1595} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) &= \frac{1}{24,1595} (\text{massa FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}) \\ \frac{1}{24,1595} (55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram}) &= \frac{1}{24,1595} (169,1166 \text{ gram}) \\ 2,3116 \text{ gram} + 4,4893 \text{ gram} + 0,1991 \text{ gram} &= 7 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Jadi, massa Fe} &= 2,3116 \text{ gram dan massa Te}_{0,85}\text{S}_{0,15} = 4,4893 \text{ gram} + 0,1991 \text{ gram} \\ &= 4,6884 \text{ gram}\end{aligned}$$

Massa Fe dan $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ yang dibutuhkan pada $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$, $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ dan $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ yang ditunjukkan pada Tabel 3.4 diperoleh melalui perhitungan dengan cara yang sama seperti pada $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$. Perhitungan ini dijelaskan pada Lampiran 2.

Tabel 3.4. Massa Fe dan $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ yang dibutuhkan masing – masing sampel

Sampel ke-	Unsur	Massa Fe (gram)	Massa $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ (gram)
1	$\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$	2,3116	4,6884
2	$\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$	2,3788	4,6213
3	$\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$	2,4499	4,5500
4	$\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$	2,5256	4,4744

Serbuk $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ dan serbuk Fe sesuai perhitungan kemudian digerus menggunakan *High Energi Milling* (HEM) dengan parameter yang sama seperti penggerusan serbuk Te dan S yang dilakukan sebelumnya. Pada proses selanjutnya, serbuk $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dicetak menjadi pelet kemudian diberi perlakuan *sintering* dengan parameter yang sama seperti pada *sintering* $\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$. Hasil *sintering* $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ini ditunjukkan pada Gambar 3.13. Seluruh sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ini berwarna hitam merata.

(a) $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ (b) $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$



(c) FeTe_{0.75}S_{0.25}



(d) FeTe_{0.70}S_{0.30}

Gambar 3.13. Hasil *sintering* FeTe_{1-x}S_x (x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30)

3.4.3 Tahap Karakterisasi Sampel

Karakterisasi sampel yang akan dilakukan meliputi :

3.4.3.1 Uji *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD terhadap sampel FeTe_{1-x}S_x dilakukan untuk mengidentifikasi fase yang terbentuk, komposisi fase dan struktur kristal sampel. Alat XRD yang digunakan untuk karakterisasi sampel menggunakan sumber sinar-X berupa Cu α dengan panjang gelombang (λ) sebesar 154 Å. Perangkat XRD ini ditunjukkan pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14. Perangkat XRD, UPT Laboratorium Terpadu, UNDIP

3.4.3.2 Uji *Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Analysis* (SEM – EDX)

Uji SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$. Uji EDX digunakan untuk mengetahui persentase atom Fe, Te dan S yang disintesis dengan metode pemaduan mekanik dan perlakuan panas kemudian dibandingkan dengan persentase atom sebelum diberi perlakuan.

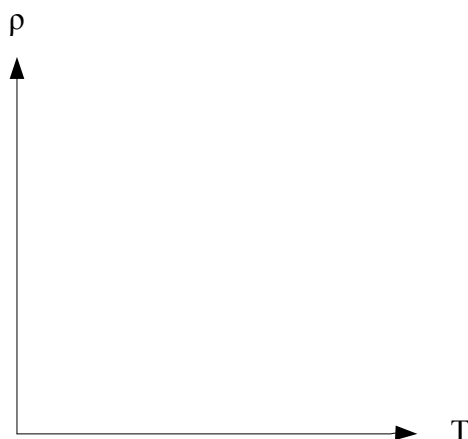
Sebelum dilakukan pengujian, sampel uji di-*coating* diatas Au-Pt agar elektron lebih cepat dihantarkan sampai tekanan vakum 10^{-1} mbar dan dapat menghindari kerusakan sampel saat di-*scanning*. Sampel yang sudah di-*coating* kemudian dimasukkan ke perangkat SEM tipe JSM-6390A. Setelah itu, sampel diuji dengan perbesaran 500 X, 1.000 X, 3.000 X, 5.000 X, 10.000 X, 15.000 X dan 20.000 X. Foto mikro permukaan sampel yang terlihat paling jelas terdapat pada perbesaran 20.000 X sehingga perbesaran tersebut yang dipilih untuk analisis data. Perangkat SEM yang digunakan untuk pengujian ditunjukkan pada Gambar 3.15.



Gambar 3.15. Perangkat uji SEM, PPM LIPI

3.4.3.3 Uji Temperatur Kritis

Karakterisasi menggunakan alat *cryogenic* dengan metode *Four Point Probe* (FPP) dilakukan untuk mengetahui temperatur kritis $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15$; $0,20$; $0,25$ dan $0,30$). Hasil uji *cryogenic* ini berupa resistansi pada rentang temperatur tertentu kemudian dihitung resistivitas sampel melalui persamaan $\rho = R \frac{A}{l}$. Temperatur kritis sampel dapat diketahui melalui plot grafik hubungan resistivitas (ρ) terhadap temperatur (T).



Gambar 3.16. Grafik hubungan resistivitas (ρ) terhadap temperatur (T)

Peralatan *Cryogenic Magnet "Cryotron FR"* buatan *Oxford* ini memakai sistem *Pulse Tube Cryocooler* untuk mendinginkan gas helium. Sistem pendinginan ini tidak memerlukan penanganan cairan helium yang dipersiapkan untuk pendinginan. Namun hanya memerlukan gas helium yang akan diekspan / dimampatkan oleh kompresor sehingga temperatur gas helium akan turun.

Uji *cryogenic* ini dimulai dengan pemasangan 2 sampel di atas PCB *holder* dengan 8 titik yang digunakan. Titik 1-4 digunakan untuk menguji sampel 1 dan titik 5-8 untuk menguji sampel 2. Sampel tersebut kemudian diletakkan di atas PCB *holder* dan disambungkan dengan kawat Cu yang sudah terhubung dengan PCB *holder*. Cu dengan PCB *holder* sebelumnya disambungkan menggunakan kawat timah yang disolder. Sedangkan sampel pada PCB *holder* direkatkan menggunakan Ag pasta. Sampel yang terpasang pada PCB *holder* dapat dilihat pada Gambar 3.17. Sampel tersebut kemudian diletakkan pada unit utama *Cryogenic Magnet* yaitu tempat dimasukkannya sampel yang ditunjukkan pada Gambar a.

Komponen *Cryogenic Magnet* yang lain meliputi *circulation pump* (Gambar b), kompresor gas helium (Gambar c) dan *controller* (Gambar d). Komponen-komponen ini memiliki fungsi yang berbeda. Sistem pompa sirkulasi (*circulation pump*) berfungsi untuk mengurangi tekanan gas helium sehingga temperatur dapat diturunkan hingga 1,5 K. Kompresor gas helium yang apabila berdiri tanpa *circulation pump* akan menurunkan temperatur sampel hingga 4,5 K. Sedangkan *controller* berfungsi untuk mengontrol temperatur dan medan magnet.



(a) *Cryogenic magnet*



(b) *Circulation pump*



(c) *Temperature and magnet controller*



(d) Kompresor gas helium

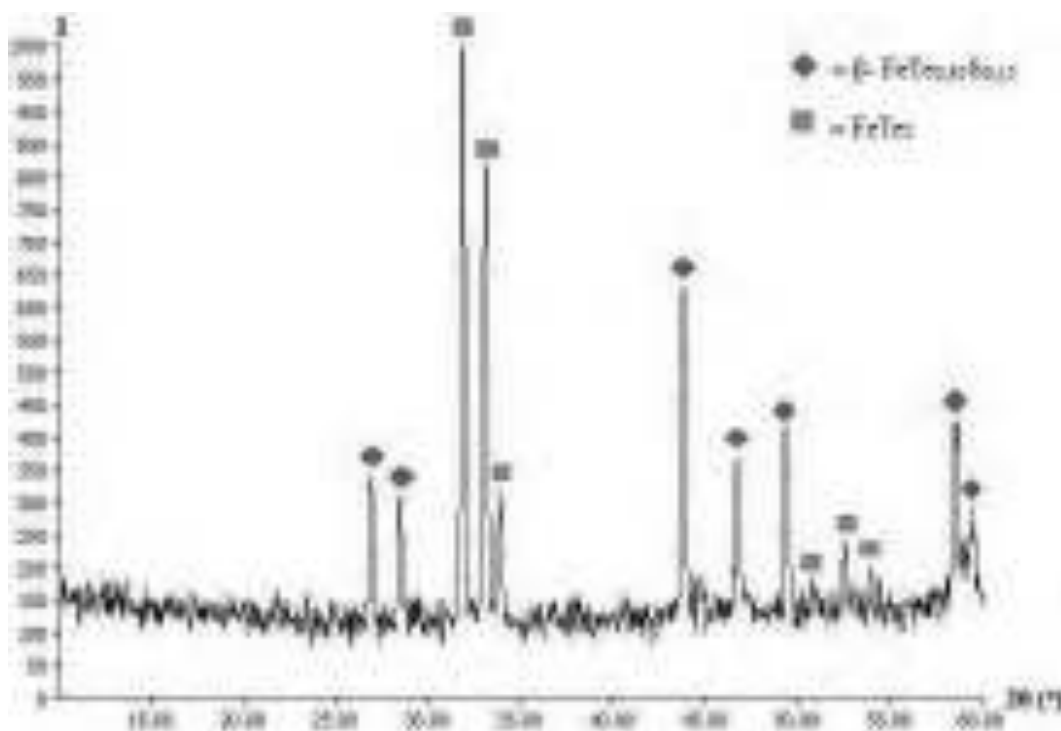
Gambar 3.17. Perangkat alat uji *Cryogenic magnet*

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Uji XRD $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)

Hasil uji XRD terhadap $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$) dengan variasi komposisi sulfur menunjukkan pola difraksi yang berbeda. Analisa pola difraksi menggunakan *software search match* dengan *database International Centre for Diffraction Data* (ICDD) terhadap fase-fase yang terbentuk pada $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ (sampel 1) ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$

Pola difraksi pada Gambar 4.1 menunjukkan 13 peak yang dominan yaitu 6 peak yang mengidentifikasi fase FeTe_2 dengan struktur kristal ortorombik dan *space group* Pnmm dan 7 peak lainnya yang mengidentifikasi fase β -

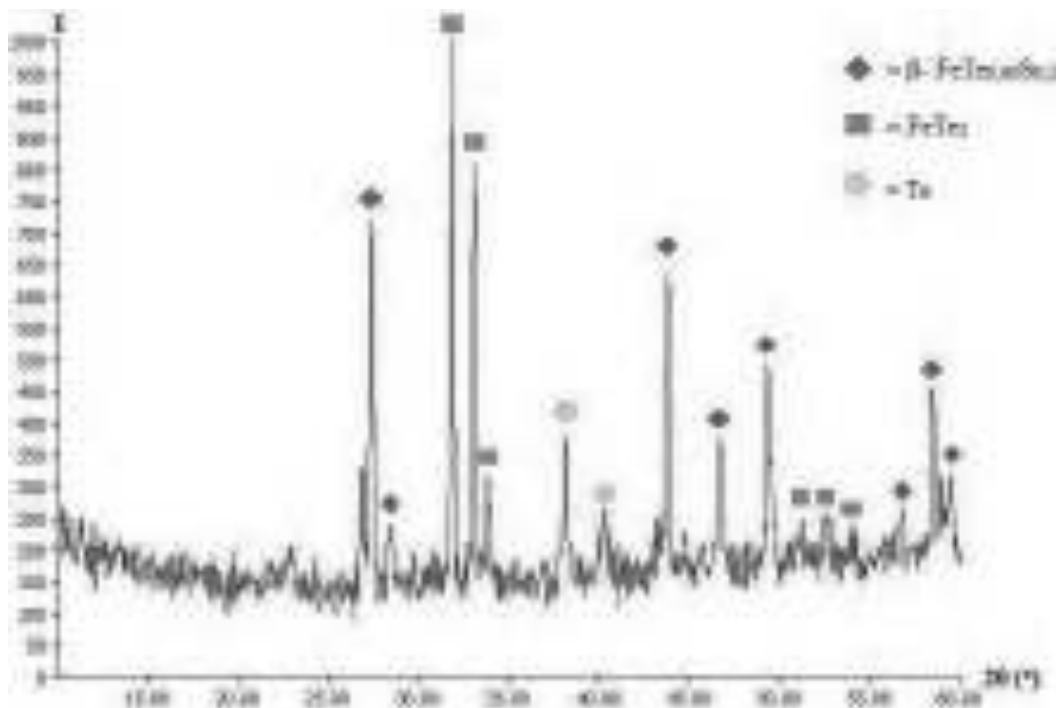
$\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* $P4/nmm$. Dua peak yang memiliki intensitas tertinggi pada sudut $2\theta = 31,80^\circ$ dan $2\theta = 33,12^\circ$ mengidentifikasi fase FeTe_2 tetapi peak-peak lainnya yang mengidentifikasi fase FeTe_2 memiliki intensitas yang lebih rendah dibanding peak-peak yang mengidentifikasi fase $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dan jumlah peak yang mengidentifikasi fase $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ lebih banyak dibanding peak yang mengidentifikasi fase FeTe_2 . Hal ini menunjukkan bahwa fase $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ lebih dominan dibanding fase FeTe_2 . Superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ hanya disebabkan oleh fase $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$. Sedangkan fase FeTe_2 merupakan fase pengotor yang merusak sifat superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$. Fase FeTe_2 ini pada dasarnya merupakan senyawa semikonduktor.

Analisa kuantitatif hasil uji XRD terhadap $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ berupa komposisi fase. Komposisi fase $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dan fase FeTe_2 yang diperoleh dari hasil perhitungan dalam lampiran 3 ditunjukkan pada Tabel 4.1. Komposisi fase $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ yang terbentuk hanya sebesar 51,82% sedangkan komposisi fase FeTe_2 sebesar 48,18%. Hal ini menunjukkan bahwa fase pengotor pada sampel hampir setengah dari total komposisi fase yang terbentuk. Komposisi fase FeTe_2 yang besar disebabkan karena terjadinya pengurangan konsentrasi Fe. Komposisi fase $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dan FeTe_2 dalam $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Komposisi fase yang terbentuk dalam $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
$\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$	51,82
FeTe_2	48,18

Analisa pola difraksi terhadap fase-fase yang terbentuk pada $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ (sampel 2) ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$

Pola difraksi pada Gambar 4.2 menunjukkan 16 peak yang dominan yaitu 8 peak yang mengidentifikasi fase $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* $P4/nmm$ sedangkan 8 peak lainnya mengidentifikasi fase FeTe_2 sebanyak 6 peak dan Te sebanyak 2 peak. Fase FeTe_2 ini memiliki struktur kristal ortorombik dengan *space group* $Pnmm$. Dua peak yang memiliki intensitas tertinggi pada sudut $2\theta = 31,84^\circ$ dan $2\theta = 33,08^\circ$ mengidentifikasi fase FeTe_2 tetapi jumlah total peak FeTe_2 lebih sedikit dibanding peak yang mengidentifikasi fase $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$. Hal ini menunjukkan bahwa fase $\beta\text{-FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ lebih dominan dibanding fase FeTe_2 . Superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ hanya disebabkan oleh fase $\beta\text{-FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$.

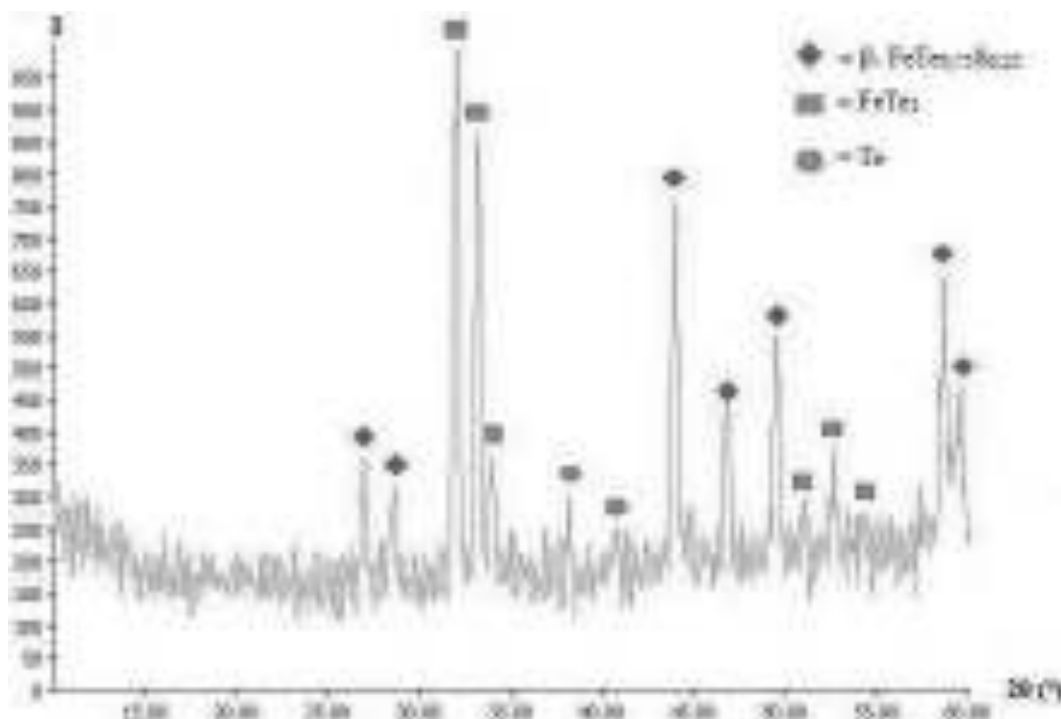
Sedangkan fase FeTe_2 merupakan fase pengotor yang merusak sifat superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$. Fase FeTe_2 ini bersifat semikonduktor.

Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$, FeTe_2 dan Te yang diperoleh dari hasil perhitungan dalam lampiran 3 ditunjukkan pada Tabel 4.2. Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ yang terbentuk sebesar 50,16% sedangkan komposisi fase FeTe_2 sebesar 40,78% dan komposisi Te sebesar 9,06%. Hal ini menunjukkan bahwa fase pengotor pada sampel hampir setengah dari total komposisi fase yang terbentuk. Komposisi fase FeTe_2 terbentuk karena terjadinya pengurangan konsentrasi Fe. Sedangkan unsur Te menunjukkan adanya sebagian Te yang masih belum bereaksi dengan Fe dan S. Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$, FeTe_2 dan Te dalam $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Komposisi fase yang terbentuk dalam $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
β - $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$	50,16
FeTe_2	40,78
Te	9,06

Analisa pola difraksi terhadap fase-fase yang terbentuk pada $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$

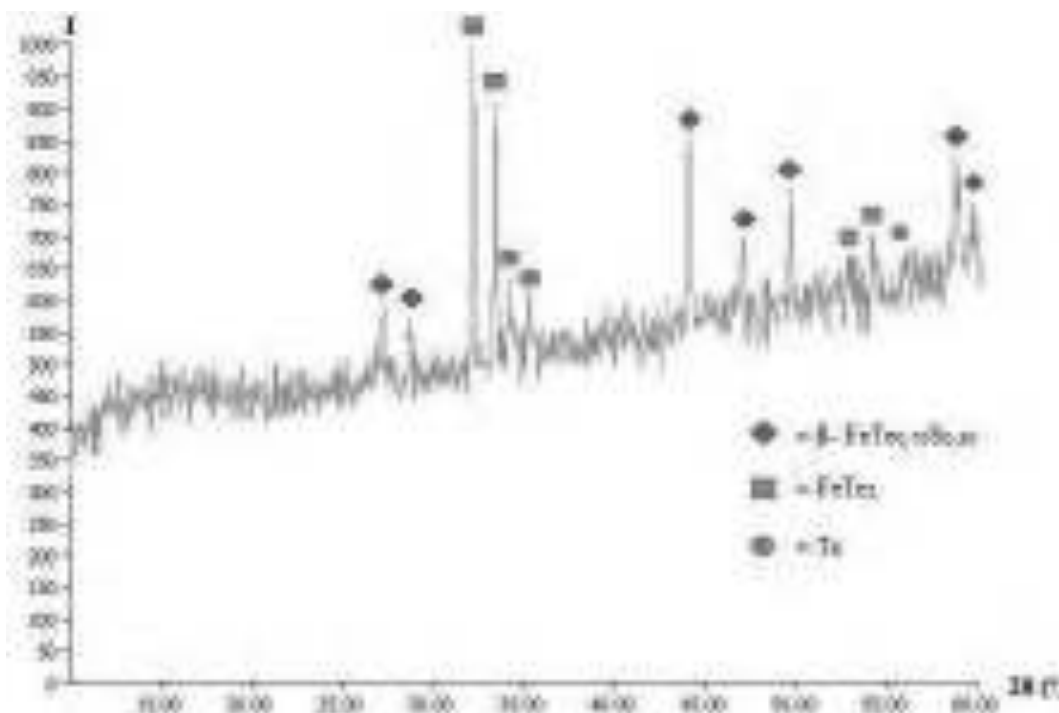
Pola difraksi pada Gambar 4.3 menunjukkan 14 peak yang dominan yaitu 7 peak yang mengidentifikasi fase $\beta\text{-FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* $P4/nmm$ sedangkan 7 peak lainnya mengidentifikasi fase FeTe_2 sebanyak 5 peak dan Te sebanyak 2 peak. Fase FeTe_2 ini memiliki struktur kristal ortorombik dengan *space group* $Pnmm$. Dua peak yang memiliki intensitas tertinggi pada sudut $2\theta = 32,06^\circ$ dan $2\theta = 33,20^\circ$ mengidentifikasi fase FeTe_2 tetapi jumlah total peak FeTe_2 lebih sedikit dibanding peak yang mengidentifikasi fase $\beta\text{-FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$. Hal ini menunjukkan bahwa fase $\beta\text{-FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ lebih dominan dibanding fase FeTe_2 . Superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ hanya disebabkan oleh fase $\beta\text{-FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$. Sedangkan fase FeTe_2 merupakan fase pengotor yang merusak sifat superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$. Fase FeTe_2 ini bersifat semikonduktor.

Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$, FeTe_2 dan Te yang diperoleh dari hasil perhitungan dalam lampiran 3 ditunjukkan pada Tabel 4.2. Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ yang terbentuk sebesar 49,88% sedangkan komposisi fase FeTe_2 sebesar 41,36% dan komposisi Te sebesar 8,76%. Hal ini menunjukkan bahwa fase pengotor pada sampel hampir setengah dari total komposisi fase yang terbentuk. Komposisi fase FeTe_2 terbentuk karena terjadinya pengurangan konsentrasi Fe. Sedangkan unsur Te menunjukkan adanya sebagian Te yang masih belum bereaksi dengan Fe dan S. Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$, FeTe_2 dan Te dalam $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.3. Komposisi fase yang terbentuk dalam $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
$\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$	49,88
FeTe_2	41,36
Te	8,76

Analisa pola difraksi terhadap fase-fase yang terbentuk pada $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$

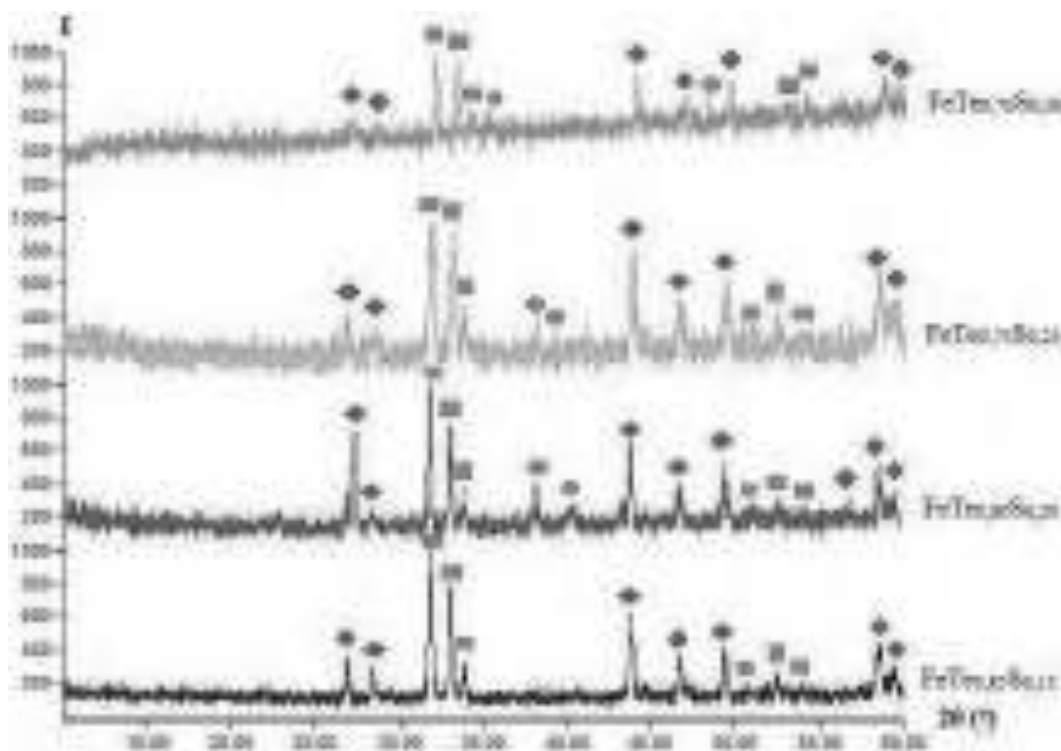
Pola difraksi pada Gambar 4.4 menunjukkan 13 peak yang dominan yaitu 7 peak yang mengidentifikasi fase $\beta\text{-FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* $P4/nmm$ sedangkan 6 peak lainnya mengidentifikasi fase FeTe_2 sebanyak 5 peak dan Te sebanyak 1 peak. Fase FeTe_2 ini memiliki struktur kristal ortorombik dengan *space group* $Pnmm$. Dua peak yang memiliki intensitas tertinggi pada sudut $2\theta = 32,30^\circ$ dan $2\theta = 33,50^\circ$ mengidentifikasi fase FeTe_2 tetapi jumlah total peak FeTe_2 lebih sedikit dibanding peak yang mengidentifikasi fase $\beta\text{-FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$. Hal ini menunjukkan bahwa fase $\beta\text{-FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ lebih dominan dibanding fase FeTe_2 . Superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ hanya disebabkan oleh fase $\beta\text{-FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$. Sedangkan fase FeTe_2 merupakan fase pengotor yang merusak sifat superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$. Fase FeTe_2 ini bersifat semikonduktor.

Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$, FeTe_2 dan Te yang diperoleh dari hasil perhitungan dalam lampiran 3 ditunjukkan pada Tabel 4.2. Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ yang terbentuk sebesar 49,81% sedangkan komposisi fase FeTe_2 sebesar 37,75% dan komposisi Te sebesar 12,44%. Hal ini menunjukkan bahwa fase pengotor pada sampel hampir setengah dari total komposisi fase yang terbentuk. Komposisi fase FeTe_2 terbentuk karena terjadinya pengurangan konsentrasi Fe. Sedangkan unsur Te menunjukkan adanya sebagian Te yang masih belum bereaksi dengan Fe dan S. Komposisi fase β - $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$, FeTe_2 dan Te dalam $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.4. Komposisi fase yang terbentuk pada $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
$\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$	49,81
FeTe_2	37,75
Te	12,44

Perbandingan pola difraksi sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$) ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Analisa pembentukan fase $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)

Perbandingan pola difraksi keempat sampel tersebut menunjukkan bahwa intensitas peak yang mengidentifikasi fase β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ yang terbentuk pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ lebih tinggi dibanding sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$. Pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ terdapat peak baru yang mengidentifikasi β - $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ pada sudut $55,00^\circ < 2\theta < 57,00^\circ$. Sedangkan pada sampel $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$, intensitas peak yang mengidentifikasi fase β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada sudut $42,50^\circ < 2\theta < 50,00^\circ$ dan $57,50^\circ < 2\theta < 60,00^\circ$ lebih tinggi dibanding sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dan $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ tetapi intensitas peak yang mengidentifikasi fase β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada sudut $25,25^\circ < 2\theta < 30,00^\circ$ lebih rendah dibanding sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dan sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$. Intensitas peak yang mengidentifikasi fase β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada sampel $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ seluruhnya mengalami penurunan dibanding sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$, $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ dan $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$.

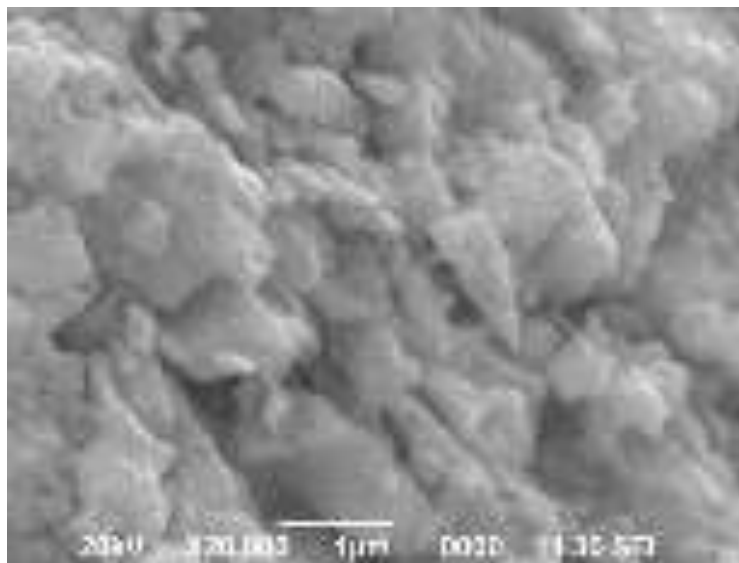
Seluruh peak yang mengidentifikasi fase FeTe_2 pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ memiliki intensitas lebih rendah dibanding sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ tetapi pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$, terdapat peak baru pada sudut $37,50^\circ < 2\theta < 42,50^\circ$ yang mengidentifikasi Te. Pada sampel $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$, peak yang mengidentifikasi fase FeTe_2 memiliki intensitas lebih tinggi dibanding sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ dan sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ sedangkan intensitas peak yang mengidentifikasi Te pada sampel $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ lebih rendah dibanding sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$. Pada sampel $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$, peak yang mengidentifikasi Te mengalami penurunan intensitas. Peak yang mengidentifikasi Te pada sudut $37,50^\circ < 2\theta < 42,25^\circ$ yang terdapat pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ dan $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ tidak terdapat pada sampel $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ tetapi muncul satu peak pada sudut $35,50^\circ < 2\theta < 37,50^\circ$.

Berdasarkan analisa kuantitatif, seiring dengan meningkatnya komposisi sulfur yang disubstitusikan hingga 25% menyebabkan komposisi fase $\beta\text{-FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ menurun. Komposisi fase $\beta\text{-FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25$) secara berurutan sebesar 51,82%, 50,16% dan 49,88%. Komposisi fase $\beta\text{-FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ kemudian meningkat pada substitusi sulfur 30% yaitu sebesar 53,16%. Komposisi fase FeTe_2 menurun seiring dengan substitusi sulfur tetapi pada substitusi sulfur 25%, komposisi fase FeTe_2 lebih tinggi dibanding komposisi sulfur 20% dan 30%. Komposisi fase FeTe_2 pada $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25$) secara berurutan sebesar 48,18%, 40,78%, 41,36% dan 40,17%. Komposisi Te menurun seiring substitusi sulfur dari 20% hingga 30% dan meningkat pada komposisi sulfur 30%. Sedangkan pada substitusi sulfur sebesar 15% tidak terdapat unsur Te. Komposisi Te pada $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,20 ; 0,25 ; 0,30$) secara berurutan sebesar 9,06%, 8,76%

dan 12,44%. Komposisi fase FeTe_2 yang merupakan fase pengotor dan merusak sifat superkonduktivitas $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ dapat dikurangi melalui substitusi S hingga 30%.

4.2 Hasil Uji SEM – EDX $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)

Karakterisasi dengan menggunakan uji SEM menunjukkan morfologi permukaan $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ pada berbagai variasi komposisi sulfur. Analisa morfologi $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ pada perbesaran 20.000X ditunjukkan pada Gambar 4.6. $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ menunjukkan morfologi permukaan berbentuk kepingan, pipih dan saling bertumpuk.



Gambar 4.6. Morfologi $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ pada perbesaran 20.000X

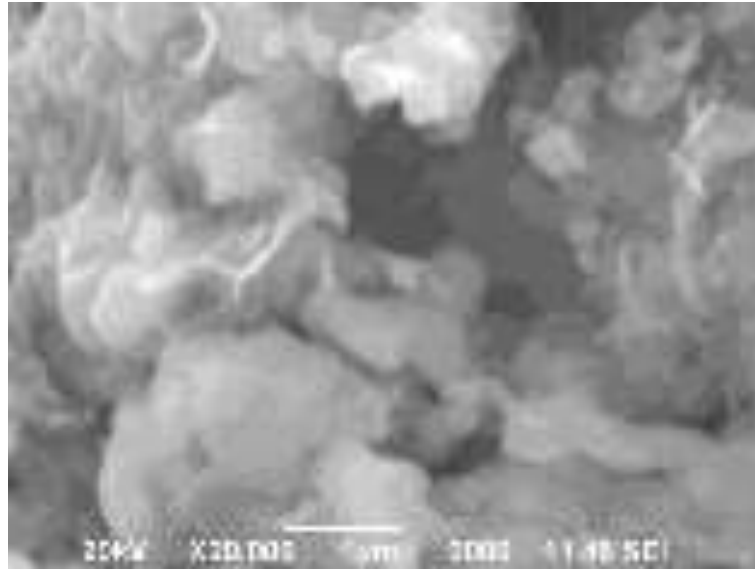
Hasil EDX $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ pada dua *spot* yang berbeda dalam lampiran 2 menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Te dan S masuk ke dalam matriks Fe. Dibanding komposisi awal $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$, komposisi Fe dan S dalam sampel setelah diberi perlakuan pada dua *spot* yang berbeda berkurang dari komposisi

awal. Berkurangnya komposisi Fe ini dalam jumlah yang cukup besar sedangkan komposisi S sedikit berkurang. Berbeda dengan Fe dan S, komposisi Te setelah diberi perlakuan lebih besar dari komposisi awal. Komposisi Te berlebih menunjukkan bahwa sebagian fase yang terbentuk pada sampel adalah FeTe_2 dan Te yang belum berikatan selain $\beta\text{-FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$. Hasil EDX sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ pada dua *spot* yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) <i>(spot 1)</i>	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) <i>(spot 2)</i>
Fe	50,00	37,20	38,72
Te	42,50	57,05	55,87
S	7,50	5,75	5,41

Analisa morfologi permukaan $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ pada perbesaran 20.000X ditunjukkan pada Gambar 4.8. $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ menunjukkan morfologi permukaan berbentuk kepingan, pipih dan saling bertumpuk. Selain itu, pada sampel ini juga menunjukkan terbentuknya gumpalan besar dan berlapis. Gumpalan pada sampel tersebut terjadi karena sampel diberi perlakuan panas dalam waktu yang lama sehingga terjadi proses penggumpalan.



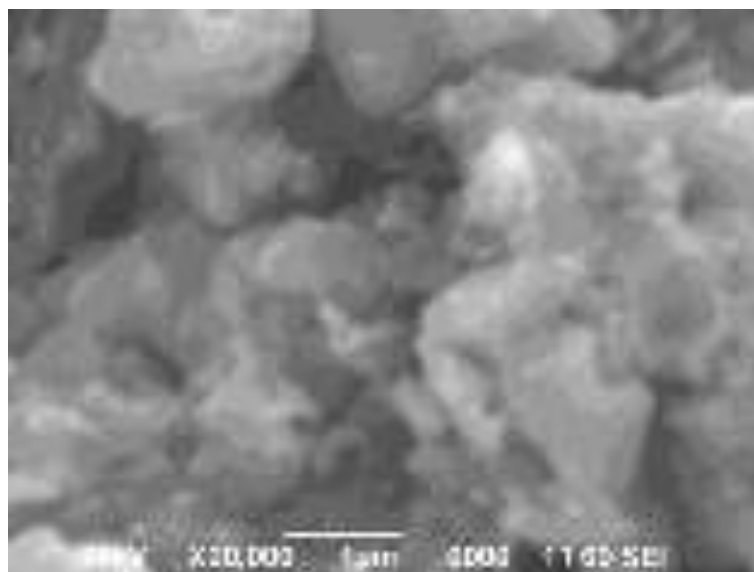
Gambar 4.7. Morfologi FeTe_{0.80}S_{0.20} pada perbesaran 20.000X

Hasil EDX FeTe_{0.80}S_{0.20} pada dua *spot* yang berbeda dalam lampiran 2 menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Te dan S masuk ke dalam matriks Fe. Pada dua *spot* yang berbeda, komposisi Fe dan S dalam sampel setelah diberi perlakuan pada dua *spot* yang berbeda berkurang dari komposisi awal sedangkan komposisi Te setelah diberi perlakuan lebih dari komposisi awal. Komposisi Te berlebih menunjukkan bahwa sebagian fase yang terbentuk pada sampel adalah FeTe₂ dan Te yang belum berikatan selain β - FeTe_{0.80}S_{0.20}. Hasil EDX sampel FeTe_{0.80}S_{0.20} pada dua *spot* yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 1</i>)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 2</i>)
Fe	50,00	39,16	38,95
Te	40,00	53,99	55,14
S	10,00	6,85	5,91

Analisa morfologi kristal $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ pada perbesaran 20.000X ditunjukkan pada Gambar 4.8. $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ menunjukkan morfologi permukaan berbentuk kepingan, pipih dan saling bertumpuk. Selain itu, pada sampel ini sebagian besar menunjukkan terbentuknya gumpalan. Gumpalan pada sampel tersebut terjadi karena sampel diberi perlakuan panas dalam waktu yang lama sehingga terjadi proses penggumpalan.



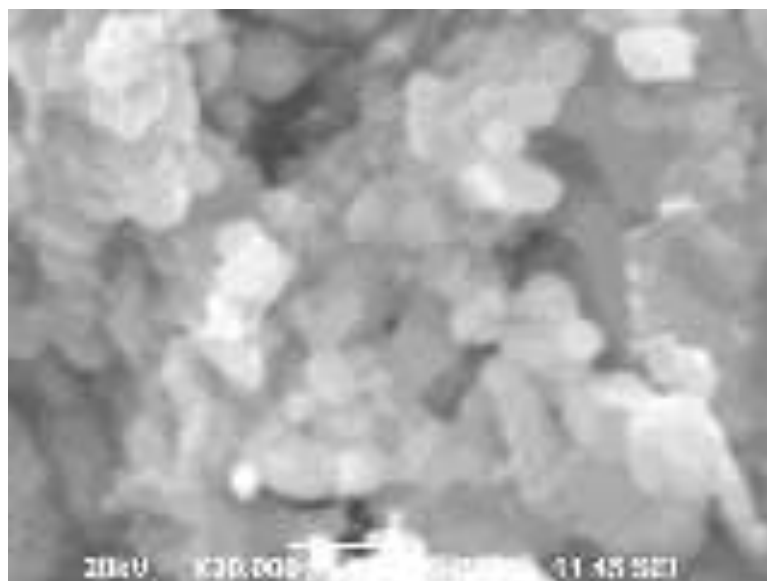
Gambar 4.8. Morfologi $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ pada perbesaran 20.000X

Hasil EDX $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ dalam lampiran 2 pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Te dan S masuk ke dalam matriks Fe. Pada dua *spot* yang berbeda, komposisi Fe dan S dalam sampel setelah diberi perlakuan pada dua *spot* yang berbeda berkurang dari komposisi awal sedangkan komposisi Te setelah diberi perlakuan lebih dari komposisi awal. Komposisi Te berlebih menunjukkan bahwa sebagian fase yang terbentuk pada sampel adalah FeTe_2 dan Te yang belum berikatan selain $\beta\text{-FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$. Hasil EDX sampel $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ pada dua *spot* yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 1</i>)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 2</i>)
Fe	50,00	40,57	41,87
Te	37,50	50,78	49,75
S	12,50	8,65	8,38

Analisa morfologi kristal $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ pada perbesaran 20.000X ditunjukkan pada Gambar 4.8. $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ menunjukkan morfologi permukaan berbentuk kepingan, bulat dan saling bertumpuk.



Gambar 4.9. Morfologi FeTe_{0,70}S_{0,30} pada perbesaran 20.000X

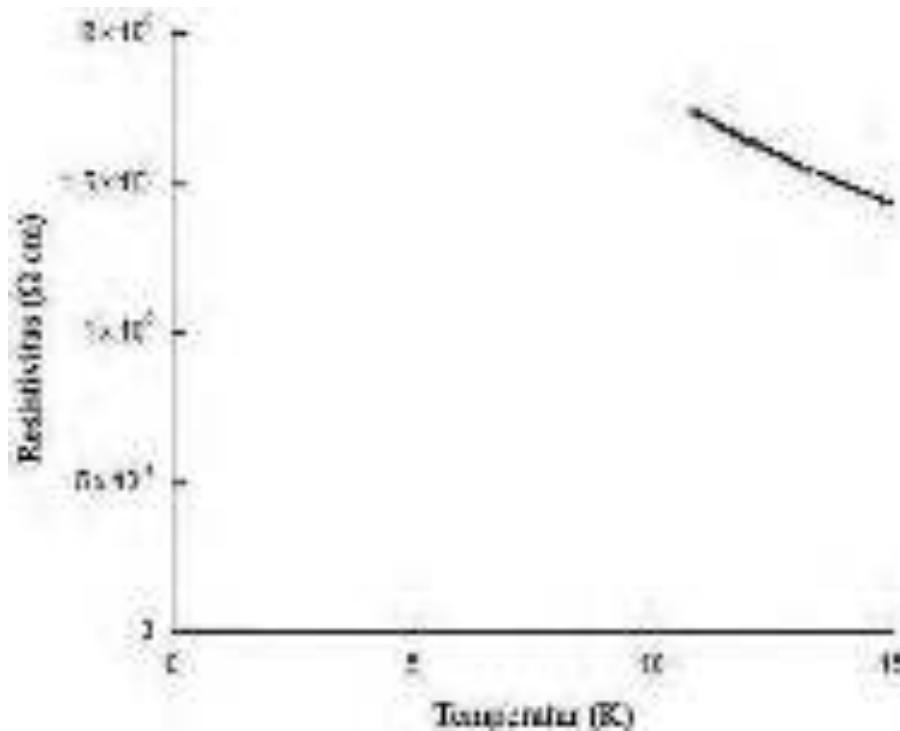
Hasil EDX FeTe_{0,70}S_{0,30} dalam lampiran 2 pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Te dan S masuk ke dalam matriks Fe. Dibanding komposisi awal FeTe_{0,70}S_{0,30}, komposisi Fe dan S dalam sampel setelah diberi perlakuan pada *spot* 1 dan *spot* 2 sedikit berkurang dari komposisi awal. Sedangkan komposisi Te setelah diberi perlakuan pada *spot* 1 dan *spot* 2 sedikit berlebih dari komposisi awal. Pada *spot* 2, berkurangnya komposisi Fe dan S serta bertambahnya komposisi Te setelah diberi perlakuan lebih besar dari *spot* 1. Hal ini menunjukkan pada *spot* 1 banyak terbentuk β - FeTe_{0,70}S_{0,30} sedangkan pada *spot* 2 sebagian terbentuk fase FeTe₂ dan Te yang belum berikatan. Hasil EDX sampel FeTe_{0,70}S_{0,30} pada dua *spot* yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 1</i>)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 2</i>)
Fe	50,00	42,76	33,22
Te	35,00	43,19	52,74
S	15,00	14,05	14,04

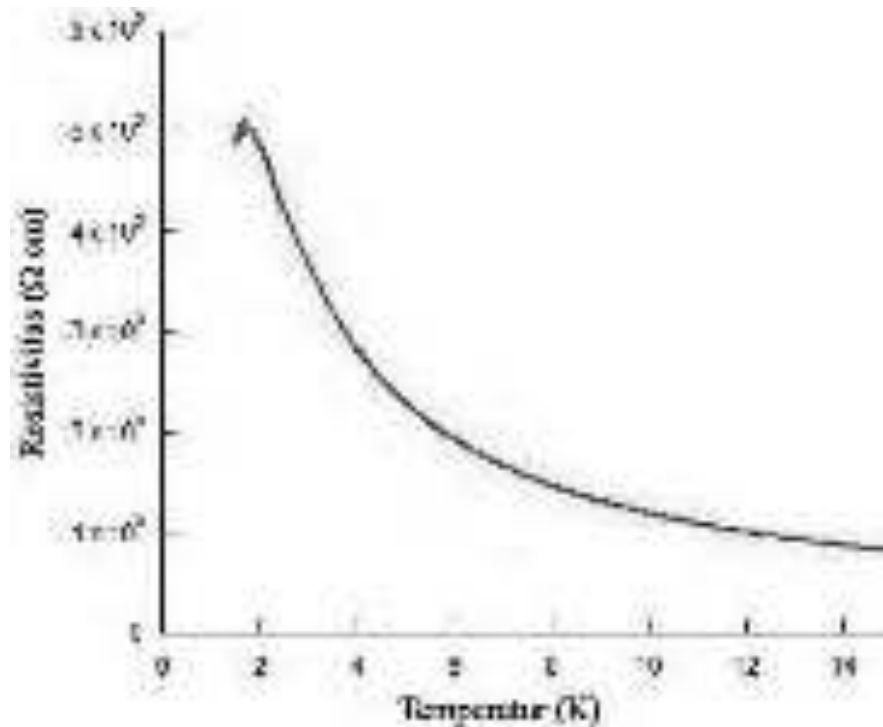
4.3 Uji Temperatur Kritis $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur dari data keluaran uji temperatur kritis (T_c) menggunakan alat *cryogenic magnet* terhadap sampel $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ ditunjukkan pada Gambar 4.10. Pengujian pada sampel ini hanya dilakukan sampai temperatur 10,84 K sehingga grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur tidak menunjukkan adanya penurunan nilai resistivitas. Nilai resistivitas $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ pada temperatur 15 K hingga 10,84 K terus meningkat. Nilai resistivitas yang tinggi hingga mencapai 1,74 Ωcm disebabkan adanya fase FeTe_2 yang bersifat semikonduktor. Sifat semikonduktor dicirikan dengan semakin rendah temperatur, resistivitas semakin tinggi. Sedangkan penurunan resistivitas yang belum terlihat pada temperatur 11,719 K disebabkan fase β - $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ yang terbentuk pada sampel hanya sebesar 51,82%. Komposisi fase tersebut akan menunjukkan penurunan resistivitas pada temperatur yang sangat rendah. Meskipun demikian, pada sampel ini sudah terbentuk fase β - $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ yang merupakan fase superkonduktor.



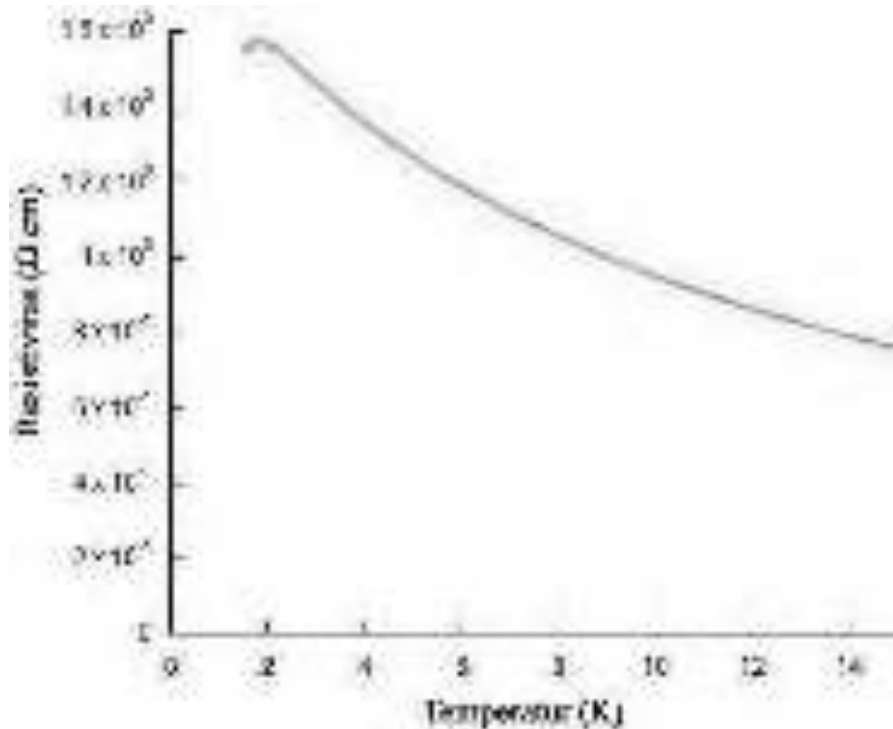
Gambar 4.10. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0.85}\text{S}_{0.15}$

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur sampel $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ ditunjukkan pada Gambar 4.11. Nilai resistivitas $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ dari temperatur 15 K hingga temperatur terendah yang dapat diuji oleh alat *cryogenic magnet* sebesar 1,55 K menunjukkan adanya penurunan nilai resistivitas pada temperatur 1,69 K. Nilai resistivitas yang tinggi hingga mencapai $5,06 \text{ } \Omega\text{cm}$ yang terukur pada temperatur 1,69 K disebabkan adanya fase FeTe_2 yang bersifat semikonduktor sehingga merusak sifat superkonduktivitas $\text{FeTe}_{0.85}\text{S}_{0.15}$. Sifat semikonduktor dicirikan dengan semakin rendah temperatur, resistivitas semakin tinggi. Penurunan nilai resistivitas yang terjadi pada temperatur sangat rendah disebabkan fase β - $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ yang terbentuk pada sampel hanya sebesar 50,16%.



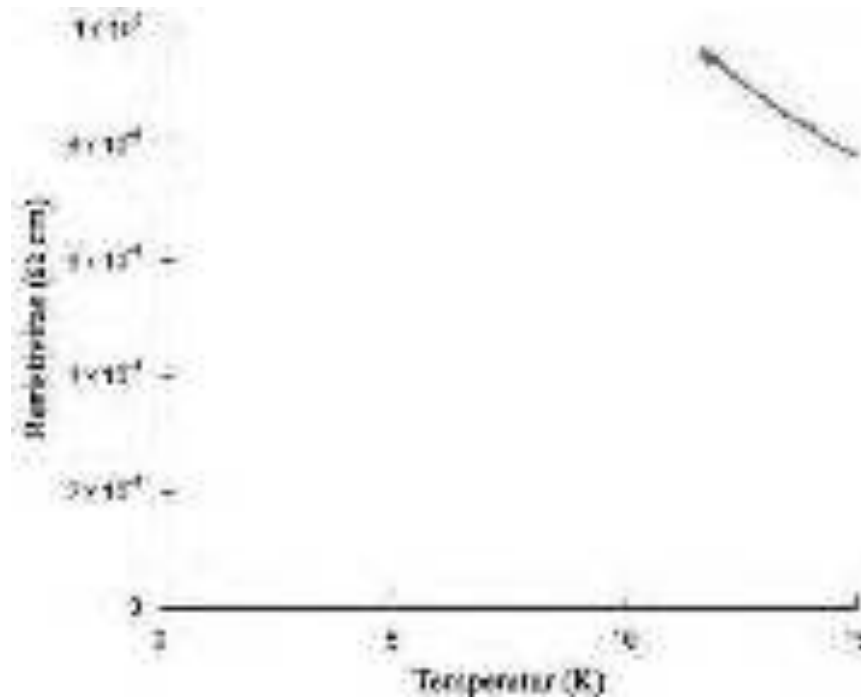
Gambar 4.11. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur sampel $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ ditunjukkan pada Gambar 4.12. Nilai resistivitas $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ dari temperatur 15 K hingga temperatur terendah yang dapat diuji oleh alat *cryogenic* magnet sebesar 1,55 K menunjukkan adanya penurunan nilai resistivitas pada temperatur 1,76 K. Nilai resistivitas yang tinggi hingga mencapai 1,58 Ωcm yang terukur pada temperatur 1,76 K disebabkan adanya fase FeTe_2 yang bersifat semikonduktor. Sifat semikonduktor dicirikan dengan semakin rendah temperatur, resistivitas semakin tinggi. Penurunan nilai resistivitas yang terjadi pada temperatur sangat rendah disebabkan fase β - $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ yang terbentuk pada sampel hanya sebesar 49,88%.



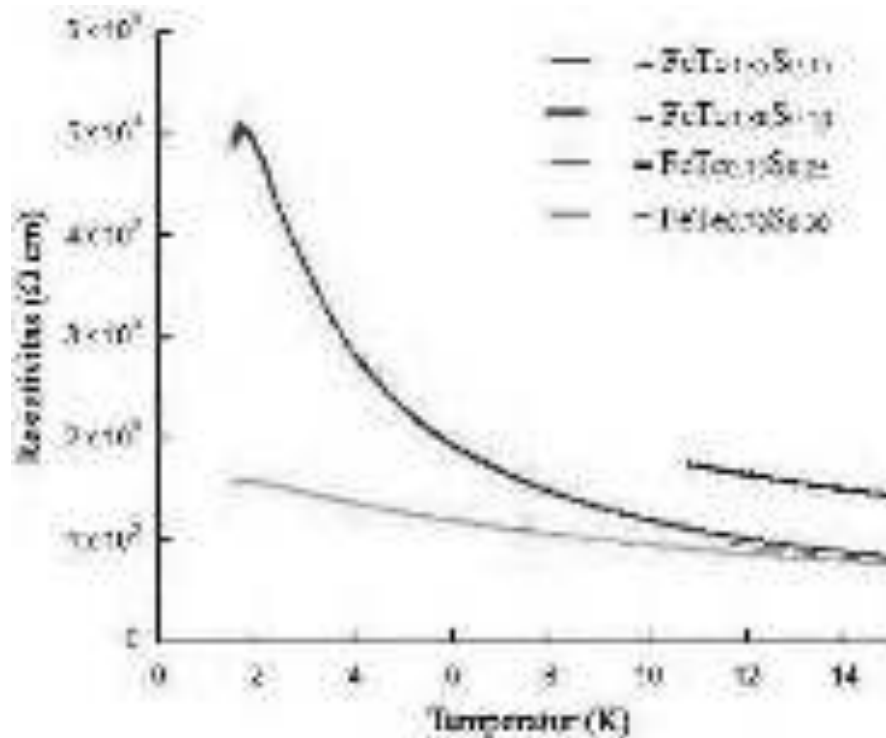
Gambar 4.12. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur sampel $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ ditunjukkan pada Gambar 4.13. Pengujian pada sampel ini hanya dilakukan sampai temperatur 11,71 K sehingga grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur tidak menunjukkan adanya penurunan nilai resistivitas. Nilai resistivitas $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ dari temperatur 15 K hingga 11,71 K terus meningkat. Nilai resistivitas yang tinggi hingga mencapai 0,96 Ωcm disebabkan adanya fase FeTe_2 yang bersifat semikonduktor. Sifat semikonduktor dicirikan dengan semakin rendah temperatur, resistivitas semakin tinggi. Sedangkan penurunan resistivitas yang belum terlihat pada temperatur 11,71 K disebabkan fase $\beta\text{-FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ yang terbentuk pada sampel hanya sebesar 51,82%. Komposisi fase tersebut akan menunjukkan penurunan resistivitas pada temperatur yang sangat rendah. Meskipun demikian, pada sampel ini sudah terbentuk fase $\beta\text{-FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ yang merupakan fase superkonduktor.



Gambar 4.13. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$

Perbandingan hasil uji temperatur kritis (T_c) sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15$; $0,20$; $0,25$; $0,30$) ditunjukkan dalam grafik pada Gambar 4.14. Grafik tersebut menunjukkan bahwa meningkatnya komposisi sulfur $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ (dari $x = 0,15$ hingga $x = 0,25$) dapat menurunkan nilai resistivitas pada temperatur 15 K hingga 11,71 K yang teramati. Sedangkan pada komposisi sulfur $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$, nilai resistivitas pada temperatur 15 K hingga 11,71 K kembali meningkat di atas $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$. Penurunan nilai resistivitas sampel $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ terjadi pada temperatur 1,69 K dan sampel $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ terjadi pada temperatur 1,76 K. Penurunan nilai resistivitas sampel $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$ dari temperatur 1,76 K hingga temperatur terendah yang terukur lebih landai dari pada penurunan yang terjadi pada sampel $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$. Hal ini terjadi karena komposisi fase β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ sampel $\text{FeTe}_{0.80}\text{S}_{0.20}$ lebih besar dibanding sampel $\text{FeTe}_{0.75}\text{S}_{0.25}$.

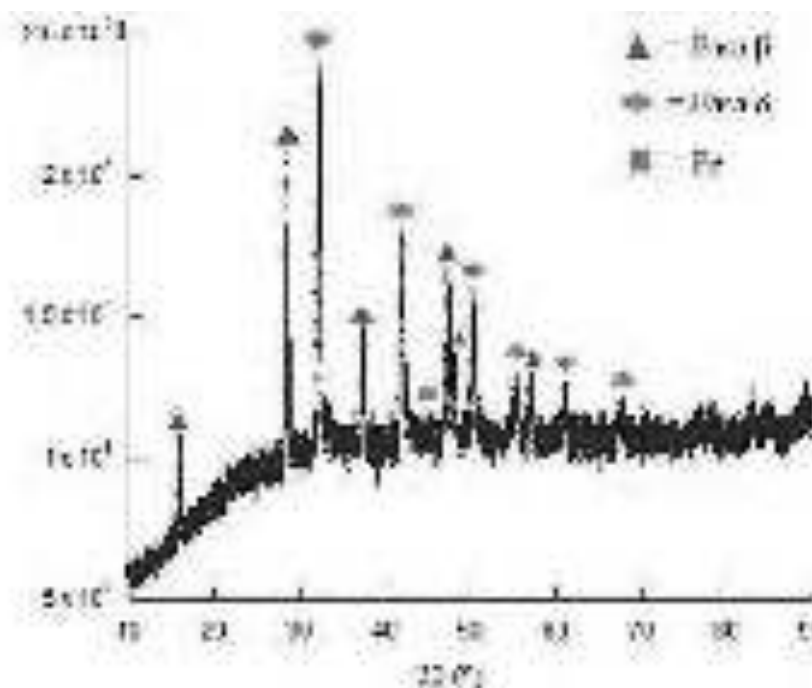


Gambar 4.14. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$)

Pembentukan fase β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$) hanya sekitar setengah dari total fase yang terbentuk. Pada penelitian ini diberikan solusi penggantian S dengan Se dimana FeSe merupakan fase superkonduktor.

4.4 Hasil XRD $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)

Hasil uji XRD terhadap FeSe dengan variasi waktu *milling* dan BPR menunjukkan pola difraksi yang berbeda. Analisa pola difraksi menggunakan software *search match* dengan ICDD terhadap fase-fase yang terbentuk pada FeSe dengan waktu *milling* = 2 jam dan BPR = 1:1 (sampel 1) ditunjukkan pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi FeSe

Pada Gambar 4.15, pola difraksi menunjukkan 13 peak yang dominan yaitu 12 peak yang mengidentifikasikan FeSe dengan fase yang berbeda dan 1 peak yang mengidentifikasikan unsur Fe. Peak FeSe sebanyak 12 tersebut terdiri dari 6 peak yang mengidentifikasikan fase β -FeSe dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* $P4/nmm$ sedangkan 6 peak lainnya mengidentifikasikan fase δ -FeSe dengan struktur kristal heksagonal dan *space group* $P63/mmc$. Peak yang memiliki intensitas tertinggi pada sudut $2\theta = 32,42^\circ$ mengidentifikasikan fase δ -FeSe tetapi peak-peak lainnya yang mengidentifikasikan fase δ -FeSe memiliki intensitas yang lebih rendah dibanding peak-peak yang mengidentifikasikan fase β -FeSe. Hal ini menunjukkan bahwa fase β -FeSe lebih dominan dibanding fase δ -FeSe. Unsur Fe yang teridentifikasi dengan intensitas yang rendah memiliki struktur kristal kubik dan *space group* $Im-3m$. Superkonduktivitas FeSe hanya ditekan oleh fase β -FeSe. Sedangkan fase

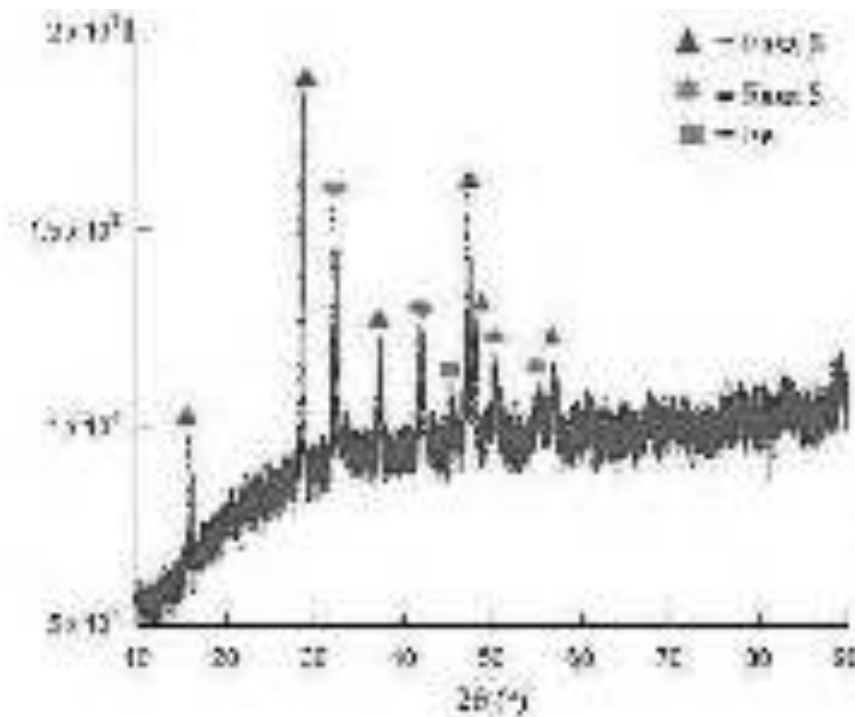
δ -FeSe dan Fe ini merupakan fase pengotor yang merusak sifat superkonduktivitas FeSe.

Analisa kuantitatif hasil uji XRD terhadap FeSe berupa komposisi fase. Komposisi fase β -FeSe, δ -FeSe dan Fe yang diperoleh dari hasil perhitungan ditunjukkan pada Tabel 4.9. Komposisi fase β -FeSe yang terbentuk hanya sebesar 55,37% sedangkan sisanya merupakan fase δ -FeSe sebesar 38,48% dan Fe sebesar 6,15%. Hal ini menunjukkan bahwa fase pengotor pada sampel hampir setengah dari total komposisi fase yang terbentuk. Komposisi fase δ -FeSe yang besar disebabkan karena Se belum seluruhnya berdifusi ke dalam Fe selama proses *milling* sehingga masih terdapat kelebihan Se. Kelebihan Se ini menyebabkan terjadinya pembentukan fase δ -FeSe ketika proses *sintering*. Sedangkan fase Fe termetalisasi diakibatkan oleh unsur Fe yang belum berikatan dengan Se. Komposisi fase β -FeSe, δ -FeSe dan Fe dalam FeSe ditunjukkan pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9. Komposisi fase yang terbentuk pada FeSe

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
β -FeSe	55,37
δ -FeSe	38,48
Fe	6,15

Analisa pola difraksi terhadap fase-fase yang terbentuk pada FeSe dengan waktu *milling* = 5 jam dan BPR = 6:1 (sampel 2) ditunjukkan pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi FeSe

Pola difraksi pada Gambar 4.16 menunjukkan 11 peak yang dominan yaitu 10 peak yang mengidentifikasi FeSe dengan fase yang berbeda dan 1 peak yang mengidentifikasi unsur Fe. Peak FeSe sebanyak 11 tersebut terdiri dari 6 peak yang mengidentifikasi fase β -FeSe dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* P4/nmm sedangkan 4 peak lainnya mengidentifikasi fase δ -FeSe dengan struktur kristal heksagonal dan *space group* P63/mmc. Intensitas peak-peak yang mengidentifikasi fase β -FeSe ini lebih tinggi dibanding fase δ -FeSe. Hal ini menunjukkan bahwa fase β -FeSe lebih dominan dibanding fase δ -FeSe. Unsur Fe yang teridentifikasi dengan intensitas yang rendah memiliki struktur kristal kubik dan *space group* Im-3m.

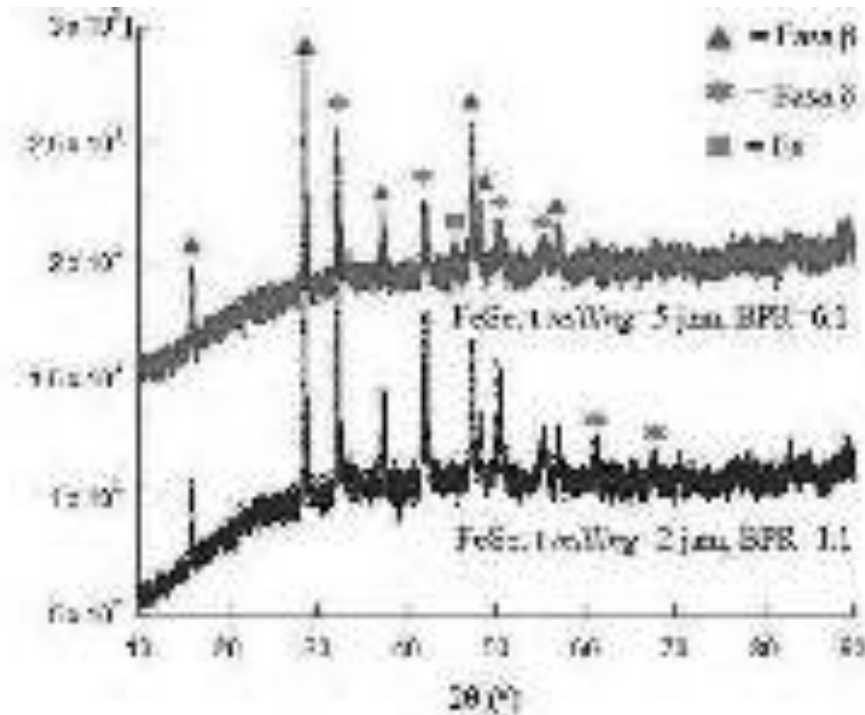
Komposisi fase β -FeSe, δ -FeSe dan Fe yang diperoleh dari hasil perhitungan ditunjukkan pada Tabel 4.10. Komposisi fase β -FeSe yang terbentuk

lebih besar dibanding fase lainnya. Komposisi fase δ -FeSe yang lebih rendah terjadi karena alloy Fe-Se lebih seragam sehingga kelebihan Se yang menekan pembentukan fase δ -FeSe dapat dikurangi. Pengaruh waktu *milling* dan BPR terhadap pembentukan fase β -FeSe berupa pengurangan ukuran partikel sehingga dapat memperpendek jalan difusi Se ke dalam Fe. Sedangkan Fe termetalisasi dengan komposisi yang rendah diakibatkan oleh unsur Fe yang belum berikatan dengan Se. Komposisi fase β -FeSe, δ -FeSe dan Fe dalam FeSe ditunjukkan pada Tabel 4.10.

Tabel 4.10. Komposisi fase yang terbentuk pada FeSe

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
β -FeSe	66,25
δ -FeSe	25,91
Fe	7,85

Perbandingan pola difraksi sampel FeSe dengan variasi waktu *milling* dan BPR ditunjukkan pada Gambar 4.17.

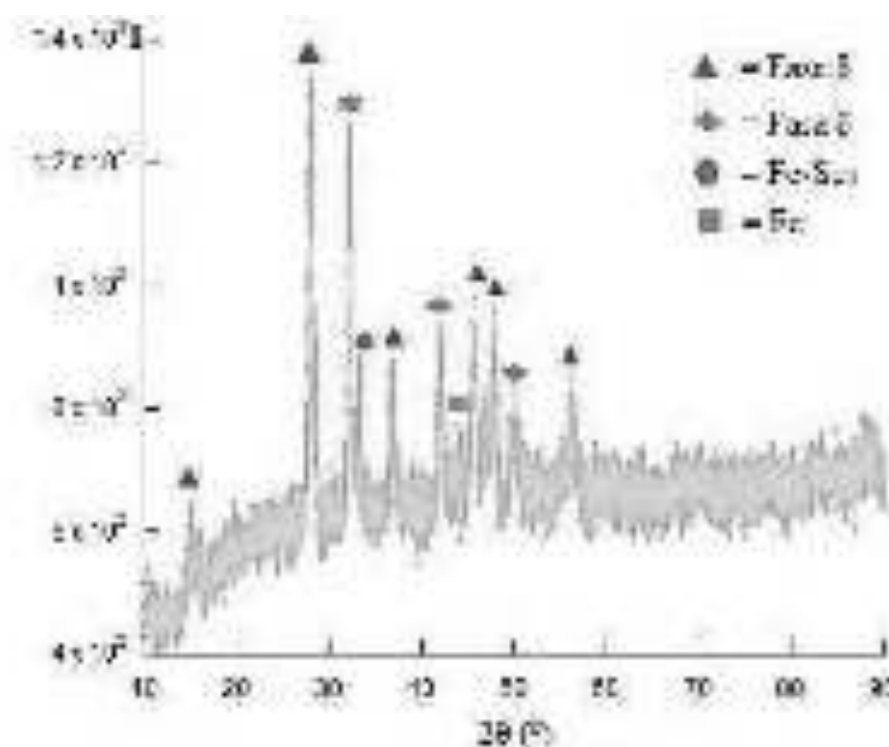


Gambar 4.17. Analisa pembentukan fase sampel dengan variasi waktu *milling* dan BPR

Perbandingan pola difraksi dua sampel tersebut menunjukkan bahwa fase β -FeSe yang terbentuk pada sampel FeSe dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 (sampel 2) lebih tinggi dibanding sampel FeSe dengan waktu *milling* selama 2 jam dan BPR sebesar 1:1 (sampel 1). Hal ini dibuktikan bahwa pada sampel 2 terdapat penurunan intensitas empat peak δ -FeSe yang terbentuk pada sampel 1 dan dua peak δ -FeSe lainnya yang terbentuk pada sampel 1 tidak terbentuk pada sampel 2. Bertambahnya waktu *milling* dan BPR menyebabkan komposisi fase β -FeSe meningkat dari 55,37% ke 66,25%, komposisi fase δ -FeSe menurun dari 38,48% ke 25,91% dan komposisi Fe meningkat dari 6,15% ke 7,85%.

Komposisi Fe yang rendah pada kedua sampel menunjukkan adanya Fe yang belum bereaksi dengan Se selama proses *milling* dan *sintering* dalam jumlah yang kecil. Fase δ -FeSe yang merupakan fase pengotor dan merusak sifat superkonduktivitas FeSe terbentuk akibat Se yang belum seluruhnya berdifusi ke dalam Fe ketika proses *milling*.

Hasil uji XRD terhadap $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$) menunjukkan pola difraksi yang berbeda. Analisa pola difraksi terhadap fase-fase yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan waktu *milling* = 5 jam dan BPR = 6:1 ditunjukkan pada Gambar 4.18.



Gambar 4.18. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$

Pola difraksi pada Gambar 4.18 menunjukkan 11 peak yang dominan yaitu 10 peak yang mengidentifikasikan $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan fase yang berbeda dan 1 peak yang mengidentifikasikan unsur Fe. Peak $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ sebanyak 10 tersebut

terdiri dari 6 peak yang mengidentifikasi β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* P4/nmm, 3 peak mengidentifikasi fase δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan 1 peak mengidentifikasi fase Fe_3Se_4 . Fase δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ ini memiliki struktur kristal heksagonal dan *space group* P63/mmc sedangkan fase Fe_3Se_4 memiliki struktur kristal monoklinik dan *space group* C2/m. Unsur Fe yang teridentifikasi dengan intensitas yang rendah memiliki struktur kristal kubik dan *space group* Im-3m. Intensitas peak-peak yang mengidentifikasi fase β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ ini lebih tinggi dibanding peak-peak yang mengidentifikasi fase δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$, Fe_3Se_4 dan Fe. Hal ini menunjukkan bahwa fase β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ lebih dominan dibanding fase δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$, Fe_3Se_4 dan Fe.

Komposisi fase β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$, δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$, Fe_3Se_4 dan Fe yang diperoleh dari hasil perhitungan ditunjukkan pada Tabel 4.11. Komposisi fase β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ yang terbentuk lebih besar dibanding fase lainnya. Komposisi fase δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ yang lebih rendah terjadi karena substitusi Te dalam $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ mampu meningkatkan kestabilan struktur kristal tetragonal (fase β).

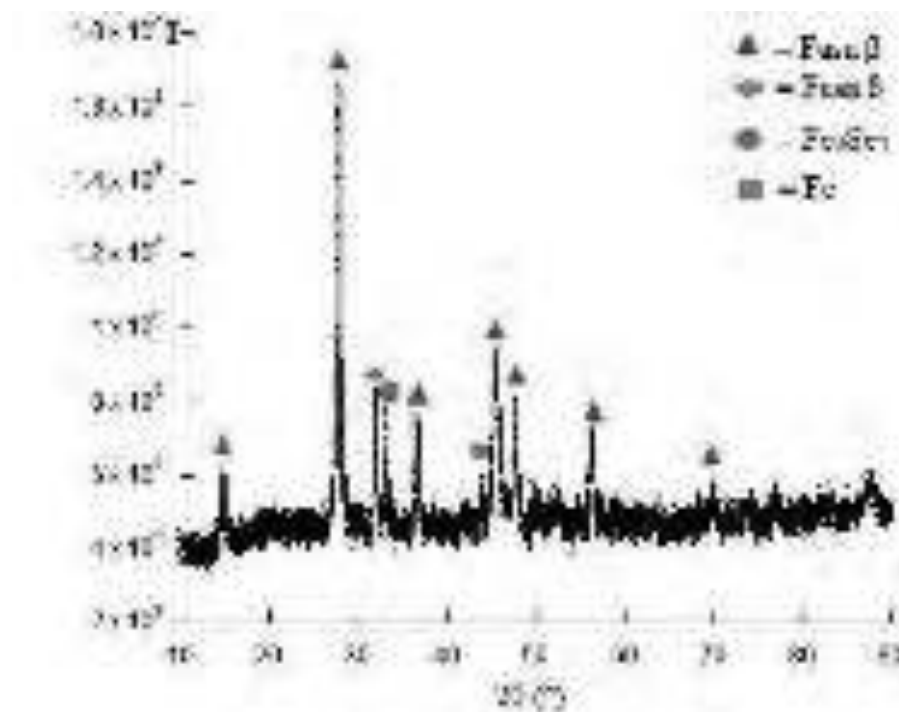
FeSe_{1+x} tetragonal stabil hanya pada rentang $x = 0,01 - 0,025$ dan sangat sensitif terhadap pengkondisian selama sintesis. Sedangkan Fe_{1+y}Te tetragonal stabil pada rentang yang lebih panjang yaitu $y = 0,06 - 0,17$. Sehingga penambahan komposisi Te sebesar 25% dapat menurunkan terjadinya pembentukan δ - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ selama proses sintesis. Sedangkan Fe termetalisasi dengan komposisi yang rendah diakibatkan oleh unsur Fe yang belum berikatan dengan Se. Fase Fe_3Se_4 dalam sampel terbentuk pada temperatur dibawah 400°C . Pada temperatur tersebut terjadi kekurangan konsentrasi Fe sehingga membentuk

non-stoikiometrik Fe_{1-x}Se . Komposisi fase β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$, δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$, Fe_3Se_4 dan Fe dalam $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ ditunjukkan pada Tabel 4.11.

Tabel 4.11. Komposisi fase yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$	54,69
δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$	29,25
Fe_3Se_4	8,59
Fe	7,46

Analisa pola difraksi terhadap fase-fase yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan waktu *milling* = 5 jam dan BPR = 6:1 ditunjukkan pada Gambar 4.19.



Gambar 4.19. Analisa fase yang terbentuk pada pola difraksi $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$

Pola difraksi pada Gambar 4.19 menunjukkan 10 peak yang dominan yaitu 9 peak yang mengidentifikasi $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan fase yang berbeda dan 1 peak yang mengidentifikasi unsur Fe. Peak $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ sebanyak 9 tersebut terdiri dari 7 peak yang mengidentifikasi $\beta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan struktur kristal tetragonal dan *space group* $P4/nmm$, 1 peak mengidentifikasi fase $\delta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dan 1 peak mengidentifikasi fase Fe_3Se_4 . Fase $\delta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ ini memiliki struktur kristal heksagonal dan *space group* $P63/mmc$ sedangkan fase Fe_3Se_4 memiliki struktur kristal monoklinik dan *space group* $C2/m$. Unsur Fe yang teridentifikasi dengan intensitas yang rendah memiliki struktur kristal kubik dan *space group* $Im\text{-}3m$. Peak yang mengidentifikasi fase $\beta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ berjumlah lebih banyak dan memiliki intensitas yang tinggi sehingga menunjukkan bahwa fase $\beta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ lebih dominan dibanding fase $\delta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$, Fe_3Se_4 dan Fe.

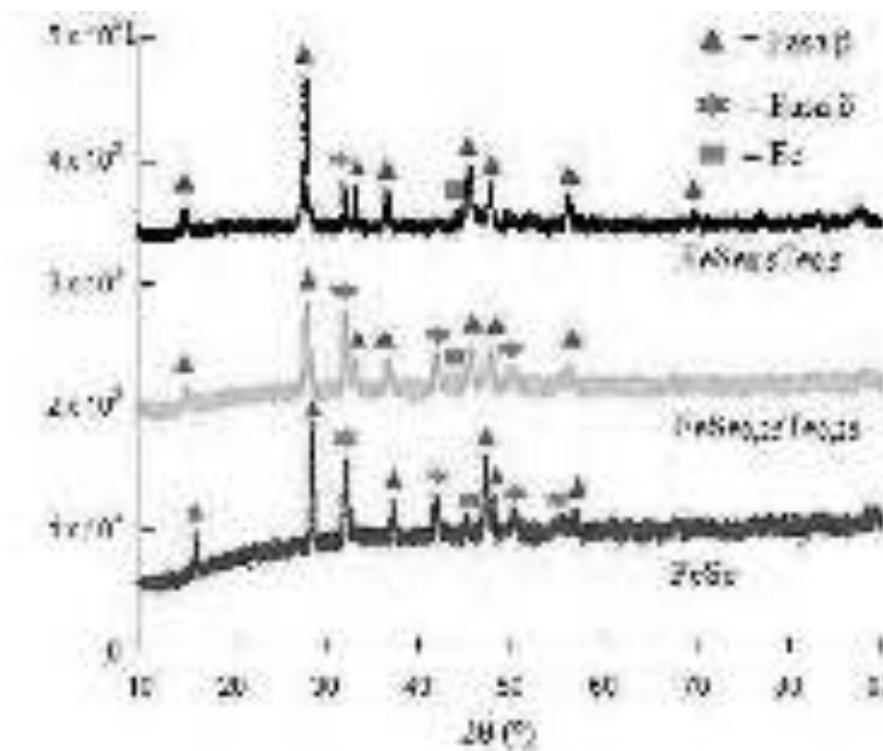
Komposisi fase $\beta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$, $\delta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$, Fe_3Se_4 dan Fe yang diperoleh dari hasil perhitungan ditunjukkan pada Tabel 4.12. Komposisi fase $\beta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ yang terbentuk lebih besar dibanding fase lainnya. Komposisi fase $\delta\text{-FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ yang lebih rendah terjadi karena substitusi Te dalam $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ mampu meningkatkan kestabilan struktur kristal tetragonal (fase β). Substitusi Te sebesar 50% dapat menurunkan terjadinya pembentukan $\delta\text{-FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ selama proses sintesis. Sedangkan Fe termetalisasi dengan komposisi yang kecil diakibatkan oleh unsur Fe yang belum berikatan dengan Se. Fase Fe_3Se_4 dalam sampel terbentuk pada temperatur di bawah 400°C . Pada temperatur tersebut terjadi kekurangan konsentrasi Fe sehingga membentuk non-stoikiometrik Fe_{1-} .

$_x\text{Se}$. Komposisi fase β - $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$, δ - $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$, Fe_3Se_4 dan Fe dalam $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ ditunjukkan pada Tabel 4.12.

Tabel 4.12. Komposisi fase yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$

Fase yang terbentuk	Komposisi (%)
β - $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	73,39
δ - $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	9,99
Fe_3Se_4	9,39
Fe	7,22

Perbandingan pola difraksi sampel $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$) ditunjukkan pada Gambar 4.20.



Gambar 4.20. Analisa pembentukan fase sampel $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)

Perbandingan pola difraksi ketiga sampel tersebut menunjukkan bahwa fase β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ mengalami penurunan dibanding FeSe kemudian meningkat lebih banyak pada $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Sedangkan fase δ - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ meningkat dalam sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan menurun drastis pada sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ menunjukkan adanya penurunan intensitas tiga peak yang mengidentifikasikan fase δ - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan satu peak δ - FeSe lainnya yang terbentuk pada FeSe tidak terbentuk pada sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ sehingga peak-peak β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ lebih dominan. Di sisi lain, intensitas peak yang mengidentifikasikan fase β - $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ pada sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ lebih rendah dibanding intensitas peak yang mengidentifikasikan fase β - FeSe dalam FeSe .

Sedangkan pada sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ terdapat penurunan intensitas satu peak δ - FeSe dan dua peak δ - FeSe lainnya yang terbentuk pada sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ tidak terbentuk pada sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Meskipun intensitas peak yang mengidentifikasikan fase δ - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ pada sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ mengalami penurunan tetapi muncul peak baru yang mengidentifikasikan fase Fe_3Se_4 . Peak yang mengidentifikasikan fase Fe_3Se_4 ini berhimpit dengan peak yang mengidentifikasikan fase δ - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$. Fase Fe_3Se_4 dalam sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ terbentuk pada temperatur dibawah 400°C .

Berdasarkan analisa kuantitatif, seiring dengan meningkatnya komposisi Te yang disubstitusikan menyebabkan komposisi fase β - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ menurun dari 66,25% ke 54,69% pada $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan meningkat hingga 73,39% pada

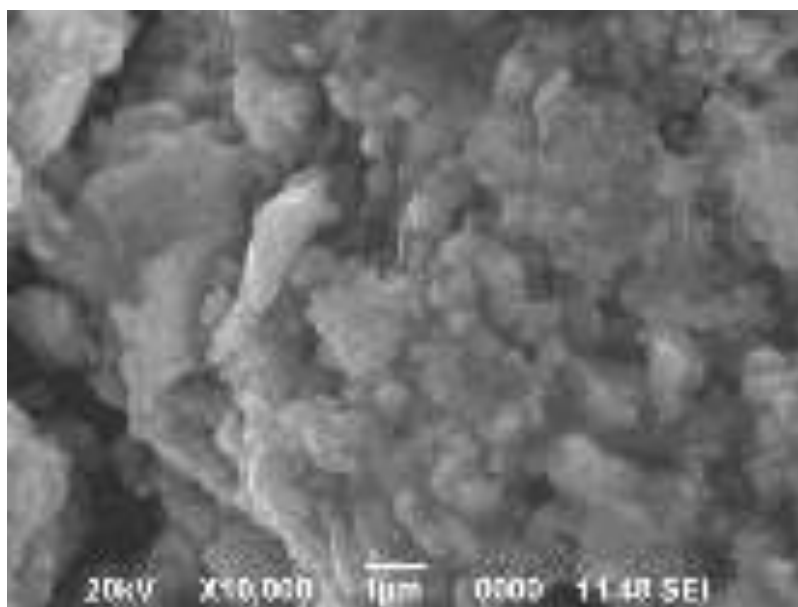
$\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Sedangkan komposisi fase δ - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ meningkat dari 25,91% ke 29,25% pada $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan menurun drastis hingga 9,99% pada $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Meningkatnya komposisi Te yang disubstitusikan menyebabkan komposisi Fe menurun dari 7,85% (FeSe) ke 7,46% ($\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$) dan 7,22% ($\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$). Sedangkan komposisi fase Fe_3Se_4 meningkat dari 0% (FeSe) ke 8,59% ($\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$) dan 9,39% ($\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$). Pada ketiga sampel tersebut terdapat peak Fe dengan intensitas yang rendah. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat Fe yang belum bereaksi dengan Se selama proses *milling* dan *sintering* dalam jumlah yang kecil.

Fase δ - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ yang merupakan fase pengotor dan merusak sifat superkonduktivitas $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ dapat dikurangi melalui substitusi Te hingga 50%. Hal ini disebabkan meningkatnya substitusi Te hingga 50% dalam $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ mampu meningkatkan kestabilan struktur kristal tetragonal (fase β). Semakin meningkatnya komposisi Te yang disubstitusikan menyebabkan terjadinya pergeseran peak (20). Pergeseran peak ini menunjukkan deformasi struktural hasil pendopongan Te ketika Se^{2-} digantikan oleh Te^{2-} . Pergantian Se oleh Te dengan jari-jari atom yang lebih besar menurunkan simetri kristal $P4/nmm$ dengan penurunan sudut Fe – Se – Fe.

4.5 Hasil Uji SEM – EDX $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)

Karakterisasi dengan menggunakan uji SEM menunjukkan morfologi permukaan FeSe dengan variasi waktu *milling* dan BPR. Analisa morfologi permukaan FeSe dengan waktu *milling* selama 2 jam dan BPR sebesar 1:1 (sampel 1) pada perbesaran 10.000X ditunjukkan pada Gambar 4.21. Sampel ini

menunjukkan morfologi permukaan berbentuk pipih, segi empat dan sebagian lainnya membentuk gumpalan dan berlapis dengan ukuran yang besar. Gumpalan pada sampel tersebut terjadi karena sampel diberi perlakuan panas dalam waktu yang lama sehingga terjadi proses penggumpalan.



Gambar 4.21. Morfologi FeSe dengan waktu *milling* = 2 jam dan BPR = 1:1

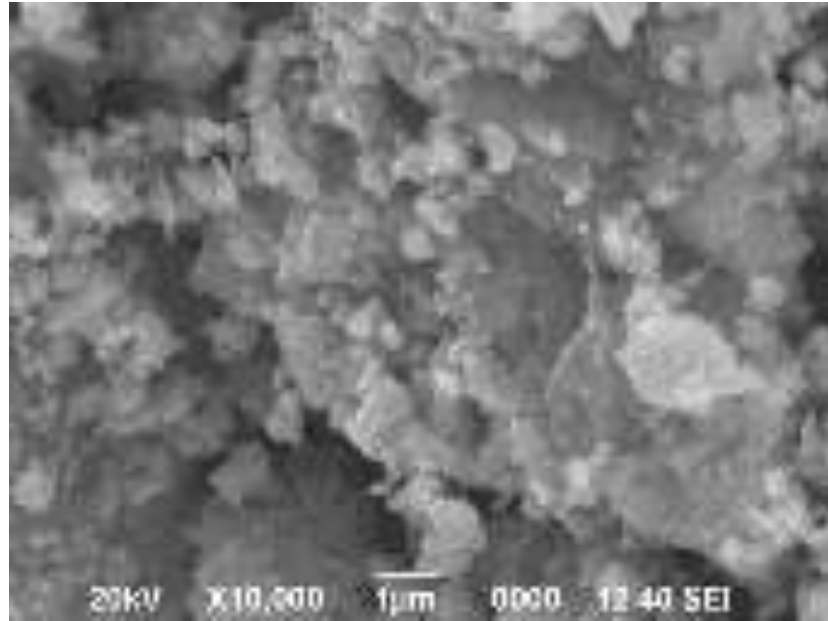
Hasil EDX sampel FeSe dengan waktu *milling* = 2 jam dan BPR = 1:1 pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Se masuk ke dalam matriks Fe. Dibanding komposisi awal FeSe, komposisi Fe dan Se dalam sampel setelah diberi perlakuan pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan hasil yang berbeda. Pada *spot* 1, persentase atom Fe jauh lebih tinggi dari komposisi awal dan persentase atom Se jauh lebih rendah dari komposisi awal. Sedangkan pada *spot* 2, persentase atom Fe lebih rendah dari komposisi awal dan persentase atom Se lebih tinggi dari komposisi awal. Besar

persentase atom yang berlawanan pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan terbentuknya dua fase dominan yang berbeda. Persentase atom Se yang lebih besar (*spot 2*) menekan pembentukan fase δ -FeSe. Hasil EDX sampel FeSe pada dua *spot* yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.13.

Tabel 4.13. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) <i>(spot 1)</i>	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) <i>(spot 2)</i>
Fe	50,00	83,82	36,10
Se	50,00	16,18	63,90

Analisa morfologi kristal FeSe dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 (sampel 2) pada perbesaran 10.000X ditunjukkan pada Gambar 4.22. Morfologi permukaan FeSe dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 (sampel 2) menunjukkan morfologi permukaan berbentuk pipih dengan ukuran yang kecil dalam jumlah yang besar. Ukuran yang kecil ini diakibatkan oleh waktu *milling* yang lama. Morfologi permukaan yang cenderung sama pada sampel ini menunjukkan adanya pembentukan fase yang hampir homogen. Selain itu, pada sampel ini juga membentuk gumpalan besar dan berlapis. Gumpalan pada sampel tersebut terjadi karena sampel diberi perlakuan panas dalam waktu yang lama sehingga terjadi proses penggumpalan.



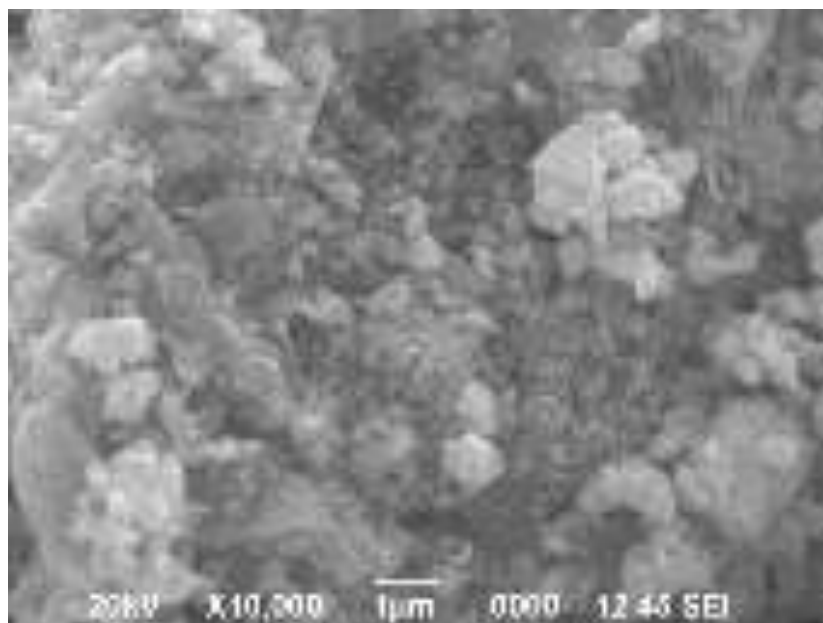
Gambar 4.22. Morfologi FeSe dengan waktu *milling* = 5 jam dan BPR = 6:1

Hasil EDX sampel FeSe dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 (sampel 2) pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Se masuk ke dalam matriks Fe. Persentase atom Se dan Fe pada *spot* 1 dan *spot* 2 hampir sama. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan fase dalam sampel FeSe cenderung lebih homogen. Komposisi Fe dalam sampel setelah diberi perlakuan pada dua *spot* yang berbeda lebih dari komposisi awal sedangkan komposisi Se setelah diberi perlakuan kurang dari komposisi awal. Hal ini menunjukkan adanya Fe berlebih dalam sampel.

Tabel 4.14. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 1</i>)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 2</i>)
Fe	50,00	59,00	61,89
Se	50,00	41,00	38,11

Analisa morfologi permukaan $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 pada perbesaran 10.000X ditunjukkan pada Gambar 4.23. $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ menunjukkan morfologi permukaan berbentuk pipih dengan ukuran yang lebih besar, cenderung merata di seluruh permukaan dan saling bertumpukan. Ukuran yang lebih besar ini disebabkan substitusi Te yang memiliki jari-jari atom lebih besar dibanding Se. Substitusi Se oleh Te juga menyebabkan morfologi permukaan yang lebih homogen. Morfologi permukaan yang cenderung sama pada sampel ini menunjukkan adanya pembentukan fase yang hampir homogen. Pada sampel ini, sebagian permukaan menunjukkan terbentuknya gumpalan besar dan berlapis. Gumpalan pada sampel tersebut terjadi karena sampel diberi perlakuan panas dalam waktu yang lama sehingga terjadi proses penggumpalan.



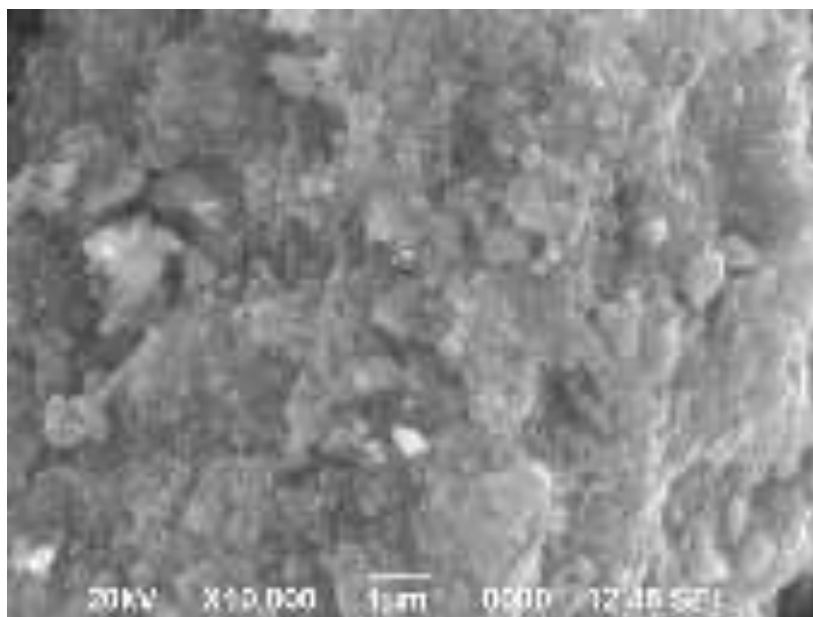
Gambar 4.23. Morfologi FeSe_{0.75}Te_{0.25} dengan waktu *milling* = 5 jam dan BPR = 6:1

Hasil EDX FeSe_{0.75}Te_{0.25} dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Se dan Te masuk ke dalam matriks Fe. Persentase atom Fe, Se dan Te pada *spot* 1 dan *spot* 2 hampir sama. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan fase dalam sampel FeSe_{0.75}Te_{0.25} cenderung lebih homogen. Hasil EDX FeSe_{0.75}Te_{0.25} dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 pada dua *spot* yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.15.

Tabel 4.15. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 1</i>)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 2</i>)
Fe	50,00	56,56	74,58
Se	37,50	34,63	21,99
Te	12,50	8,81	3,43

Analisa morfologi permukaan $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 pada perbesaran 10.000X ditunjukkan pada Gambar 4.24. $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ menunjukkan morfologi permukaan berbentuk pipih dengan ukuran yang lebih besar, lebih merata dan saling bertumpukan. Ukuran yang lebih besar ini disebabkan substitusi Te yang memiliki jari-jari atom lebih besar dibanding Se. Komposisi Te pada sampel ini sama dengan Se. Substitusi Se oleh Te juga menyebabkan morfologi permukaan yang lebih homogen. Morfologi permukaan yang cenderung sama pada sampel ini menunjukkan adanya pembentukan fase yang hampir homogen. Pada sampel ini, sebagian permukaan menunjukkan terbentuknya gumpalan besar dan berlapis. Gumpalan pada sampel tersebut terjadi karena sampel diberi perlakuan panas dalam waktu yang lama sehingga terjadi proses penggumpalan.



Gambar 4.24. Morfologi $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan waktu *milling* = 5 jam dan BPR = 6:1

Hasil EDX $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ pada dua *spot* yang berbeda menunjukkan adanya semua unsur di setiap butir yang dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* dan *sintering*, atom Se masuk ke dalam matriks Fe. Persentase atom Fe, Se dan Te pada *spot* 1 dan *spot* 2 cenderung sama. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan fase $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ bersifat homogen. Pada dua *spot* yang berbeda, komposisi Fe dalam sampel setelah diberi perlakuan pada dua *spot* yang berbeda lebih dari komposisi awal sedangkan komposisi Se dan Te setelah diberi perlakuan kurang dari komposisi awal. Hal ini menunjukkan adanya Fe berlebih dalam sampel. Hasil EDX sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 pada dua *spot* yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.16.

Tabel 4.16. Perbandingan persentase atom sampel sebelum diberi perlakuan dan setelah diberi perlakuan

Unsur	Persentase Atom Sebelum Diberi Perlakuan (%)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 1</i>)	Persentase Atom Setelah Diberi Perlakuan (%) (<i>spot 2</i>)
Fe	50,00	56,75	58,28
Se	25,00	22,75	20,41
Te	25,00	20,49	21,31

Hasil analisa morfologi FeSe (sampel 1 dan sampel 2) dengan komposisi yang sama menunjukkan bahwa waktu *milling* dan BPR yang berbeda memengaruhi pembentukan kristal FeSe. Waktu *milling* yang lebih lama dan BPR yang lebih tinggi mengakibatkan terjadinya pembentukan kristal yang lebih homogen. Perbandingan hasil uji EDX kedua sampel tersebut menunjukkan bahwa meningkatnya waktu *milling* dan BPR dapat meningkatkan homogenitas distribusi komposisi unsur. Komposisi unsur yang lebih homogen akan meningkatkan homogenitas fase yang terbentuk dalam sampel.

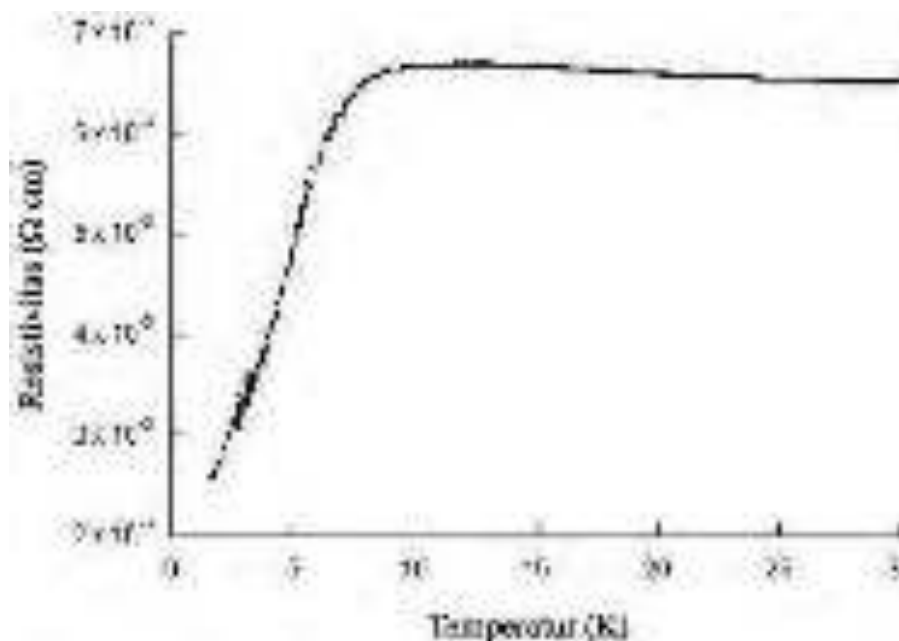
Hasil analisa morfologi $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$) dengan waktu *milling* dan BPR yang sama menunjukkan bahwa komposisi Te pada sampel berpengaruh terhadap tingkat homogenitas kristal yang terbentuk. Semakin tinggi komposisi Te menyebabkan homogenitas kristal menjadi lebih meningkat. Perbandingan hasil uji EDX $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$) menunjukkan bahwa meningkatnya komposisi Te hingga 50% dapat meningkatkan homogenitas distribusi komposisi unsur. Tingkat homogenitas unsur tertinggi dicapai pada

komposisi Te 50% sehingga homogenitas fase yang terbentuk pada $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ lebih homogen dibanding FeSe dan $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$.

4.6 Uji Temperatur Kritis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur dari data keluaran uji temperatur kritis (T_c) menggunakan alat *cryogenic magnet* terhadap sampel FeSe dengan waktu *milling* selama 2 jam dan BPR sebesar 1:1 (sampel 1) ditunjukkan pada Gambar 4.25. Grafik tersebut menunjukkan nilai T_c^{onset} sebesar 9,67 K. Resistivitas bahan pada temperatur 9,67 K hingga 1,56 K terus menurun tetapi penurunannya cukup landai. Resistivitas bahan pada temperatur terendah yang dapat diuji oleh alat *cryogenic magnet* (1,56 K) sebesar $2,56 \times 10^{-3} \Omega \text{ cm}$. Nilai resistivitas pada temperatur 1,56 K ini masih jauh di atas $0 \Omega \text{ cm}$ sehingga sampel tidak memiliki T_c^{zero} .

Resistivitas yang tidak mencapai $0 \Omega \text{ cm}$ ini diakibatkan oleh adanya fase pengotor pada sampel yaitu $\delta\text{-FeSe}$ dan Fe dengan komposisi total yang besar yaitu 44,63%. Meskipun demikian, sampel ini pada dasarnya memiliki sifat superkonduktivitas yang ditunjukkan dengan adanya T_c^{onset} . Sifat superkonduktivitas pada sampel ini disebabkan oleh fase $\beta\text{-FeSe}$ dengan komposisi sebesar 55,37%.

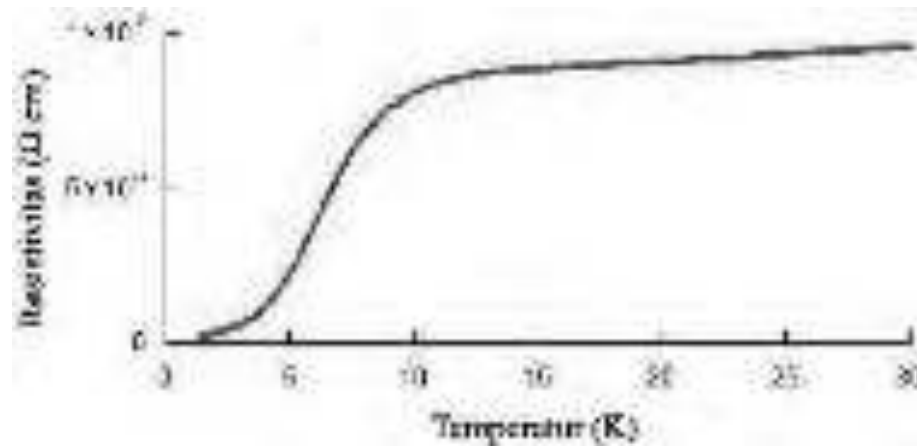


Gambar 4.25. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel FeSe

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur pada FeSe dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 (sampel 2) ditunjukkan pada Gambar 4.26. Grafik tersebut menunjukkan nilai T_c^{onset} sebesar 13,01 K. Resistivitas bahan pada temperatur 13,01 K hingga 1,59 K terus menurun tetapi penurunannya masih landai. Resistivitas bahan pada temperatur terendah yang dapat diuji oleh alat *cryogenic magnet* (1,59 K) sebesar $1,88 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$. Meskipun sampel ini tidak memiliki T_c^{zero} tetapi nilai resistivitas pada temperatur 1,59 K ini sudah mendekati $0 \Omega \text{ cm}$.

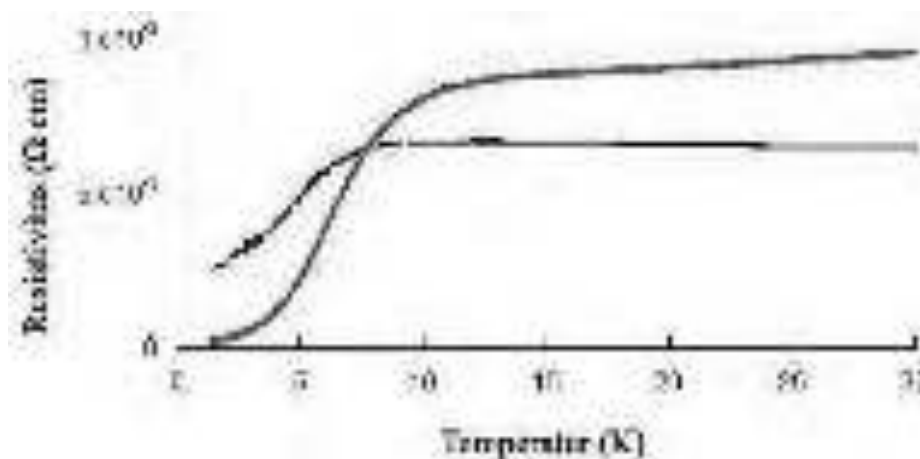
Resistivitas yang tidak mencapai $0 \Omega \text{ cm}$ ini diakibatkan oleh adanya fase pengotor pada sampel yaitu δ -FeSe dan Fe dengan komposisi total sebesar 33,75 %. Meskipun demikian, sampel ini pada dasarnya memiliki sifat superkonduktivitas yang ditunjukkan dengan adanya T_c^{onset} . Sifat

superkonduktivitas pada sampel ini disebabkan oleh fase β -FeSe dengan nilai komposisi 66,25 % yang besarnya hampir dua kali komposisi fase pengotor.



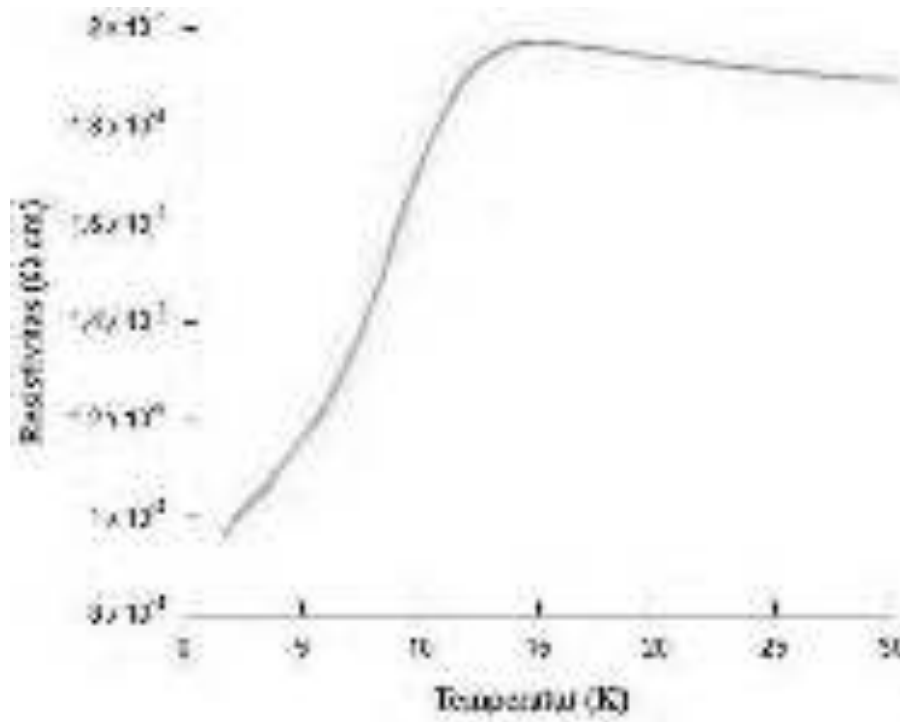
Gambar 4.26. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel FeSe

Perbandingan hasil uji temperatur kritis (T_c) sampel 1 dan sampel 2 dengan parameter waktu *milling* dan BPR yang berbeda ditunjukkan dalam grafik pada Gambar 4.27. Grafik tersebut menunjukkan bahwa waktu *milling* yang lebih lama dan BPR yang lebih tinggi dapat meningkatkan nilai T_c^{onset} FeSe dan meningkatkan ketajaman penurunan nilai resistivitas dari T_c^{onset} hingga temperatur terendah yang dapat diukur oleh alat *cryogenic magnet*. Meningkatnya T_c^{onset} dan ketajaman penurunan nilai resistivitas ini diakibatkan oleh bertambahnya komposisi fase β -FeSe yang terbentuk dari 55,37% (sampel 1) menjadi 66,25% (sampel 2). Akan tetapi, pada kedua sampel ini tidak terdapat T_c^{zero} yang disebabkan adanya fase pengotor yaitu fase δ -FeSe dan Fe pada sampel.



Gambar 4.27. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel FeSe dengan variasi waktu *milling* dan BPR

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur pada $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 ditunjukkan pada Gambar 4.28. Grafik tersebut menunjukkan nilai T_c^{onset} sebesar 14,20 K. Resistivitas bahan pada temperatur 14,20 K hingga 1,76 K terus menurun tetapi penurunannya cukup landai. Resistivitas bahan pada temperatur terendah yang dapat diuji oleh alat *cryogenic magnet* (1,76 K) sebesar $9,15 \times 10^{-3} \Omega \text{ cm}$. Nilai resistivitas pada temperatur 1,76 K ini masih jauh di atas $0 \Omega \text{ cm}$ sehingga sampel tidak memiliki T_c^{zero} . Resistivitas yang tidak sampai $0 \Omega \text{ cm}$ ini diakibatkan oleh adanya fase pengotor pada sampel yaitu $\delta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$, Fe_3Se_4 dan Fe dengan komposisi total yang besar yaitu 45,31 %. Meskipun demikian, sampel ini pada dasarnya memiliki sifat superkonduktivitas yang ditunjukkan dengan adanya T_c^{onset} . Sifat superkonduktivitas pada sampel ini disebabkan oleh fase $\beta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dengan komposisi sebesar 54,69 %.

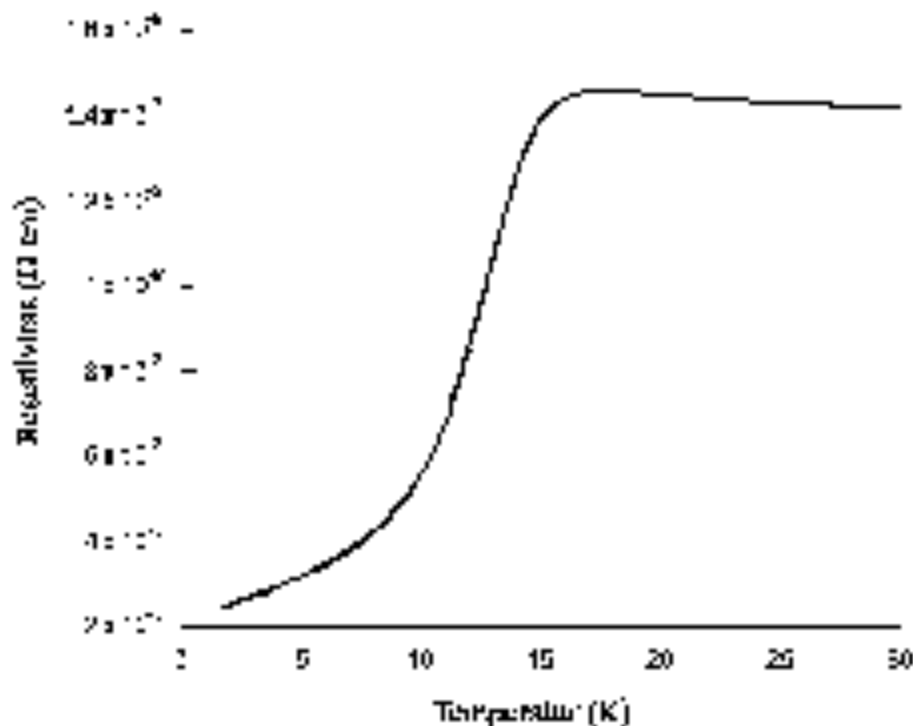


Gambar 4.28. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeSe}_{0.75}\text{Te}_{0.25}$

Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur pada $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dengan waktu *milling* selama 5 jam dan BPR sebesar 6:1 ditunjukkan pada Gambar 4.29. Grafik tersebut menunjukkan nilai T_c^{onset} sebesar 16,82 K. Resistivitas bahan pada temperatur 16,82 K hingga 1,85 K terus menurun tetapi penurunannya masih landai. Resistivitas bahan pada temperatur terendah yang dapat diuji oleh alat *cryogenic magnet* (1,85 K) sebesar $2,19 \times 10^{-3} \Omega \text{ cm}$. Meskipun sampel ini tidak memiliki T_c^{zero} tetapi nilai resistivitas pada temperatur 1,85 K ini tidak jauh dari 0 $\Omega \text{ cm}$.

Resistivitas yang tidak mencapai 0 $\Omega \text{ cm}$ ini diakibatkan oleh adanya fase pengotor pada sampel yaitu fase δ - $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, Fe_3Se_4 dan Fe dengan komposisi total sebesar 26,61%. Meskipun demikian, sampel ini pada dasarnya memiliki sifat superkonduktivitas yang ditunjukkan dengan adanya T_c^{onset} . Sifat

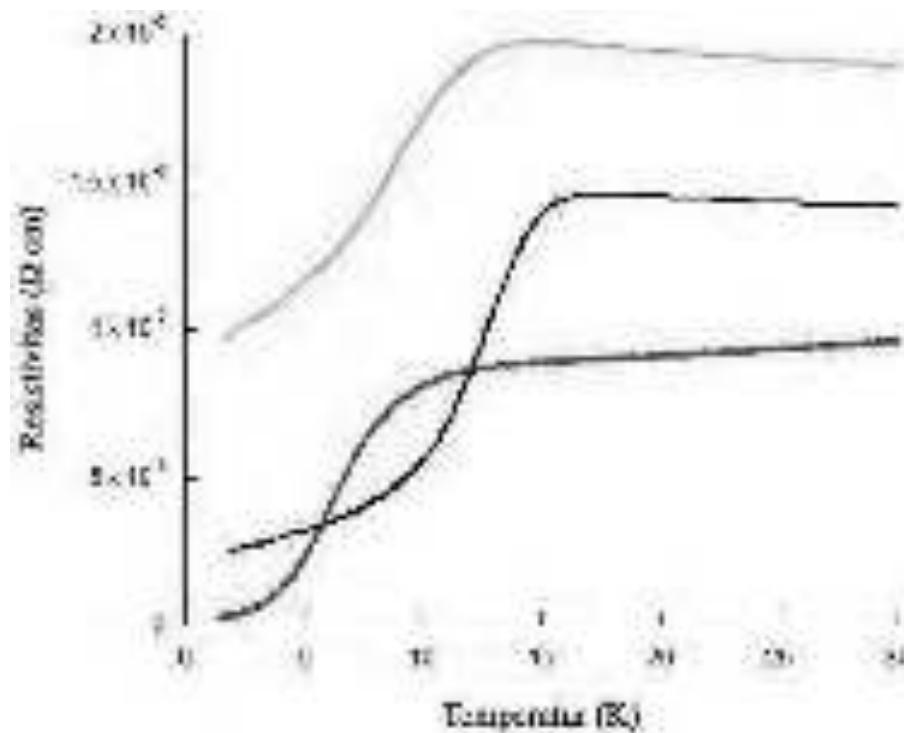
superkonduktivitas pada sampel ini disebabkan oleh fase β - $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan nilai komposisi 73,39 % yang besarnya hampir tiga kali komposisi fase pengotor.



Gambar 4.29. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$

Perbandingan hasil uji temperatur kritis (T_c) sampel $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$) dengan parameter komposisi Te yang berbeda ditunjukkan dalam grafik pada Gambar 4.30. Grafik tersebut menunjukkan bahwa meningkatnya komposisi Te dapat meningkatkan nilai T_c^{onset} $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$. Temperatur kritis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ meningkat akibat deformasi struktural hasil pendopingan Te ketika Se^{2-} digantikan oleh Te^{2-} . Tingkat ketajaman penurunan nilai resistivitas pada ketiga sampel menunjukkan $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5} > \text{FeSe} > \text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$. Meningkatnya ketajaman penurunan nilai resistivitas ini diakibatkan oleh bertambahnya komposisi fase β - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ yang terbentuk sebesar 54,69% ($\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$), 66,25% (FeSe) dan 73,39% ($\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$). Akan tetapi, pada ketiga sampel ini

tidak diperoleh T_c^{zero} yang disebabkan adanya fase pengotor yaitu fase δ - $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$, Fe_3Se_4 dan Fe pada sampel. Nilai resistivitas pada temperatur terendah yang dapat diukur oleh alat uji *cryogenic magnet* pada sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ lebih tinggi dibanding sampel FeSe. Hal ini diakibatkan adanya fase Fe_3Se_4 pada sampel $\text{FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25}$ dan $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$.



Gambar 4.30. Grafik resistivitas terhadap temperatur pada sampel $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0 ; 0,25 ; 0,50$)

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

1. Meningkatnya komposisi sulfur dalam $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,15 ; 0,20 ; 0,25 ; 0,30$) yang disintesis dengan metode pemaduan mekanik dan perlakuan panas menyebabkan penurunan komposisi fasa β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$. Selain fasa β - $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$, pada semua sampel terbentuk fasa FeTe_2 . Pada sampel $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,20 ; 0,25 ; 0,30$) terdapat unsur Te yang belum bereaksi dengan Fe dan S.
2. Morfologi permukaan $\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$, $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ dan $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ berbentuk kepingan, pipih dan saling bertumpuk. Sedangkan morfologi permukaan $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$ berbentuk kepingan, bulat dan saling bertumpuk. Pada sampel $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ dan $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ juga menunjukkan terbentuknya gumpalan.
3. $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ ($x = 0,20$ dan $0,25$) menunjukkan penurunan resistivitas pada temperatur 1,69 K dan 1,76 K.

5.2 SARAN

Penelitian $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ sebagai material superkonduktor perlu dikembangkan dengan memberikan proses *annealing* menggunakan O_2 untuk mengurangi pembentukan fasa FeTe_2 sehingga dihasilkan sifat superkonduktivitas yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Abd-Shukor, R. et al. 2006. *Transport Critical Current Density of Ag-Sheathed Bi-Sr-CaCu-O Multifilament Superconductor Tapes with Magnetic Nanopowders γ -Fe₂O₃*. Journal of Physics: Conference Series. 43. 73-74.
- Acharya, Acharya. 2012. *Studies on Superconductor Nano Composite of Bi₂Sr₂CaCu₂O₈/BiFeO₃*. India : National Institute of Technology Rourkela.
- Agusetiani, Lilis, Pardoyo dan Agus Subagyo. 2013. *Pembuatan Nanozeolit dari Zeolit Alam Secara Top Down Menggunakan High Energy Milling dan Aplikasinya untuk Penyerapan Ion Fe³⁺*. Semarang : Lab Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro.
- Baker, Hugh. 1998. *Alloy Phase Diagram*. ASM International. 866-867.
- Goodrich, L. F et al. 2004. *Measuring residual resistivity ratio of high-purity Nb. Advances in Cryogenic Engineering Materials*. 41-48.
- H. Fansuri dan N. Martianingsih. 2010. *Pelatihan Instrumentasi: Scanning Electron Microscope*. Lab. Studi energi dan rekayasa ITS, Surabaya.
- Hsu, Fong-Chi. 2008. *Superconductivity in The PbO-Type Structure α -FeSe*. Institute of Physics, Academia Sinica, Nankang, Taipei 115, Taiwan. 105(38). 2-3.
- Imaduddin, Agung dkk. 2014. *Analisa Hambatan Jenis Listrik pada Kawat Superkonduktor dengan Memakai Alat Cryogenic*. Tangerang: LIPI.
- Inigo Rodrigues Artech. *Superconductors: Obtaining Higher Critical Currents (JC) and Critical Temperatures (TC). Could The "Nano-World" Play a Role?*. Low dimensional systems-Master in nanoscience. 3-4.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB.
- Kanungo, Sikha. 2013. *Synthesis and Characterization of Gd Doped BSCCO-2212*. India : National Institute of Technology Rourkela.

- Lieber, M. Charles dan Zhe Zhang. 1994. *Physical Properties of Metal – Doped Fullerene Suprconductors*. Divisions of appied science and departement of chemistry, Harvard University.
- Margono, Muhammad. 1997. *Turunnya Suhu Kritis Superkonduktor LaSrCuO karena Doping Gadolinium*. Prosiding pertemuan ilmiah sains materi. ISSN 1410-2897.
- Maulana, Ari. 2008. *Proses Pelapisan Serbuk Fe-50 at.% Al pada Baja Karbon dengan Penambahan Cr Melalui Metoda Pemaduan Mekanik*. Jakarta : Departemen teknik metalurgi dan material Universitas Indonesia.
- Mizuguchi, Yoshikazu dan Yoshihiko Takano. 2010. *A Review of Fe-Chalcogenide Superconductors: The Simplest Fe-Based Superconductor*. Halaman 10.
- Mizuguchi, Yoshikazu. 2008a. *FeTe as a Candidate Material for New Iron-Based Superconductor*. PCP-50. 3-6, 13-14, 12.
- Mizuguchi, Yoshikazu. 2008b. *Superconductivity in S-Substituted FeTe*. arXiv Appl. Phys. Lett.
- Mousavi, C. R. M. Grovenor and S. C. Speller. 2014. *Structural parameters affecting superconductivity in iron chalcogenides*. Maney on behalf of the institute: Institute of Materials, Mineral and Mining. 30 (15).
- Nicol, Elisabeth J. 2011. *Carbon-Based Superconductors*. Department of Physics, University of Guelph. La Physique Au Canada. 67 (2). 79.
- Oktara, Tofan Tri, dkk. 2007. *Uji Vickers pada Komposit SiC-Al*. Pasca Sarjana Fisika FMIPA ITS, Surabaya. 6.
- Organisian, Karen. 2012. *Unconventional superconductivity in MgB : Influence of doping, intraband and interband scattering on properties of a superconductor with a double energy gap*. Poland: Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Science.
- Prajitno, Djoko H dan Slamto Wiryolukito. 1999. *Transformasi Fasa dan Evolusi Morfologi Butiran Selama Pemaduan Mekanik Senyawa Antar-Logam NiAl*. Bandung : P3TkN-BATAN, Teknik Mesin ITB.
- Pratapa, suminar. 2009. *Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld*. Surabaya : jurusan sisika FMIPA ITS. Laboratorium difraksi sinar-X ITS.

- Rossiter, P.L. 1987. *The electrical resistivity of metals and alloys. Cambridge Solid State series*. Cambridge: Cambridge University Press.
- Skoog, D.A, Holler, F.J, dan Crouch, S.R. 2007. *Principles of Instrumental Analysis (6th ed)*. USA: Brooks/Cole. 955-957.
- Smits, F.M. 1957. *Measurement of sheet resistivities with the four-point probe*.
- Spinger. 2003. *The Physics of Superconductor*. Germany : Freie Universitat Berlin.
- Spinger (K.H. Bennemann dan J.B. Ketterson). 2008. *Superconductivity*. Departement of Physics, German and Departement of Physics & Astronomy, USA.
- Spinger. 2015. *High Temperature Superconductivity*. Japan: Departement of Physics, Graduate School of Science.
- Subedi, Alaska *et al*. 2008. *Density functional study of FeS, FeSe and FeTe: Electronic structure, magnetism, phonons and superconductivity*. 1-2.
- Sukirman, Engkir. 2009. *Sintesis dan Karakterisasi YBCO Skala Nano*. Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir PTNBR-BATAN Bandung.
- Suminar. 2010. *Instrumentasi Difraksi Sinar-X*. Surabaya: Laboratorium studi energi dan rekayasa, ITS.
- Suryanarayana. 2004. *Mechanical alloying and milling*. New York: Marcel Dekker
- Takahashi, Hiroki. *et al*. 2008. *Superconductivity at 43 K in an Iron-Based Layered Compound $\text{LaO}_{1-x}\text{F}_x\text{FeAs}$* . Nature 453, 376-378.
- Takako, Kikegawa, Kazuki Sato and Keisuke Ishikawa. 2014. *Thermal conductivity and electrical resistivity of $\text{FeTe}_{1-x}\text{S}_x$ sintered samples*. ScienceDirect: Physics Procedia. 58. 86-89.
- Van Vlack, Lawrence H. 1995. *Ilmu dan Teknologi Bahan : Ilmu Logam dan bukan Logam*. Alih bahasa Sriati Djaprie.
- sYujuan Xia *et al*. 2009. *Preparation and superconductivity of stoichiometric $\beta\text{-FeSe}$* . EPL. 86 (3).

Zhi-An, Ren. et al. 2008. *Superconductivity at 55 K in Iron-Based F-Doped Layered Quaternary Compound $\text{Sm}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$* . Chin. Phys. Lett. 25, 2215.

LAMPIRAN

Lampiran 1: Massa Te dan S yang dibutuhkan setiap variasi komposisi

Alloy $Te_{1-x}S_x$

Variasi I : $FeTe_{0,85}S_{0,15}$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa } FeTe_{0,85}S_{0,15} &= (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S} \\
 &= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,85 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,15 \times 32,064 \text{ gr/mol}) \\
 &= 55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram} \\
 &= 169,1166 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Agar diperoleh massa 9 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\begin{aligned}
 \frac{1}{18,7907} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) &= \frac{1}{18,7907} (\text{massa } FeTe_{0,85}S_{0,15}) \\
 \frac{1}{18,7907} (55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram}) &= \frac{1}{18,7907} (169,1166 \text{ gram}) \\
 2,9720 \text{ gram} + 5,7720 \text{ gram} + 0,2559 \text{ gram} &= 9 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Jadi, massa Fe = 2,9720 gram , massa Te = 5,7720 gram dan massa S = 0,2559 gram

Variasi II : $FeTe_{0,80}S_{0,20}$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa } FeTe_{0,80}S_{0,20} &= (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S} \\
 &= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,80 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,20 \times
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 & 32,064 \text{ gr/mol}) \\
 & = 55,8470 \text{ gram} + 102,0800 \text{ gram} + 6,4128 \text{ gram} \\
 & = 164,3398 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Agar diperoleh massa 9 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\frac{1}{18,2599} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) = \frac{1}{18,2599} (\text{massa FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20})$$

$$\frac{1}{18,2599} (55,847 \text{ gram} + 102,08 \text{ gram} + 6,4128 \text{ gram}) = \frac{1}{18,2599} (164,3398 \text{ gram})$$

$$3,0584 \text{ gram} + 5,5904 \text{ gram} + 0,3512 \text{ gram} = 9 \text{ gram}$$

\therefore massa Fe = 3,0584 gram , massa Te = 5,5904 gram dan massa S = 0,3512 gram

Variasi III : FeTe_{0,75}S_{0,25}

$$\text{Massa FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S}$$

$$\begin{aligned}
 & = (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,75 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,25 \times \\
 & \quad 32,064 \text{ gr/mol}) \\
 & = 55,8470 \text{ gram} + 95,7000 \text{ gram} + 8,0160 \text{ gram} \\
 & = 159,5630 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Agar diperoleh massa 9 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\frac{1}{17,7292} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) = \frac{1}{17,7292} (\text{massa FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25})$$

$$\frac{1}{17,7292} (55,8470 \text{ gram} + 95,7000 \text{ gram} + 8,0160 \text{ gram}) = \frac{1}{17,7292} (159,5630 \text{ gram})$$

$$3,1500 \text{ gram} + 5,3979 \text{ gram} + 0,4521 \text{ gram} = 9 \text{ gram}$$

∴ massa Fe = 3,1500 gram , massa Te = 5,3979 gram dan massa S = 0,4521 gram

Variasi IV : $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$

$$\text{Massa FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30} = (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S}$$

$$= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,70 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,30 \times 32,064 \text{ gr/mol})$$

$$= 55,8470 \text{ gram} + 89,3200 \text{ gram} + 9,6192 \text{ gram}$$

$$= 154,7862 \text{ gram}$$

Agar diperoleh massa 9 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\frac{1}{17,1985} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) = \frac{1}{17,1985} (\text{massa FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25})$$

$$\frac{1}{17,1985} (55,8470 \text{ gram} + 89,3200 \text{ gram} + 9,6192 \text{ gram}) = \frac{1}{17,1985} (154,7862 \text{ gram})$$

$$3,2472 \text{ gram} + 5,1935 \text{ gram} + 0,5593 \text{ gram} = 8,9999 \text{ gram}$$

∴ massa Fe = 3,2472 gram , massa Te = 5,1935 gram dan massa S = 0,5593 gram

Lampiran 2: Massa Fe, Te dan S yang dibutuhkan setiap variasi komposisi*Alloy FeTe_{1-x}S_x***Variasi I : FeTe_{0,85}S_{0,15}**

Massa FeTe_{0,85}S_{0,15} = (mol x BM) Fe + (mol x BM) Te + (mol x BM) S

$$= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,85 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,15 \times 32,064 \text{ gr/mol})$$

$$= 55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram}$$

$$= 169,1166 \text{ gram}$$

Agar diperoleh massa 7 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\frac{1}{24,1595} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) = \frac{1}{24,1595} (\text{massa FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15})$$

$$\frac{1}{24,1595} (55,847 \text{ gram} + 108,46 \text{ gram} + 4,8096 \text{ gram}) = \frac{1}{24,1595} (169,1166 \text{ gram})$$

$$2,3116 \text{ gram} + 4,4893 \text{ gram} + 0,1991 \text{ gram} = 7 \text{ gram}$$

Jadi, massa Fe = 2,3116 gram dan massa Te_{0,85}S_{0,15} = 4,4893 gram + 0,1991 gram

$$= 4,6884 \text{ gram}$$

Variasi II : FeTe_{0,80}S_{0,20}

Massa FeTe_{0,80}S_{0,20} = (mol x BM) Fe + (mol x BM) Te + (mol x BM) S

$$= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,80 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,20 \times 32,064 \text{ gr/mol})$$

$$= 55,8470 \text{ gram} + 102,0800 \text{ gram} + 6,4128 \text{ gram}$$

$$= 164,3398 \text{ gram}$$

Agar diperoleh massa 7 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\frac{1}{23,4771} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) = \frac{1}{23,4771} (\text{massa FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15})$$

$$\frac{1}{23,4771} (55,847 \text{ gram} + 102,0800 \text{ gram} + 6,4128 \text{ gram}) = \frac{1}{23,4771} (164,3398 \text{ gram})$$

$$2,3788 \text{ gram} + 4,3481 \text{ gram} + 0,2732 \text{ gram} = 7 \text{ gram}$$

Jadi, massa Fe = 2,3788 gram dan massa $\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15}$ = 4,3481 gram + 0,2732 gram

$$= 4,6213 \text{ gram}$$

Variasi III : $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$

$$\text{Massa FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S}$$

$$= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,75 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,25 \times 32,064 \text{ gr/mol})$$

$$= 55,8470 \text{ gram} + 95,7000 \text{ gram} + 8,0160 \text{ gram}$$

$$= 159,5630 \text{ gram}$$

Agar diperoleh massa 7 gram maka dilakukan normalisasi :

$$\frac{1}{22,7947} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) = \frac{1}{22,7947} (\text{massa FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15})$$

$$\frac{1}{22,7947} (55,8470 \text{ gram} + 95,7000 \text{ gram} + 8,0160 \text{ gram}) = \frac{1}{22,7947} (159,5630 \text{ gram})$$

$$2,4499 \text{ gram} + 4,1983 \text{ gram} + 0,3517 \text{ gram} = 7 \text{ gram}$$

Jadi, massa Fe = 2,4499 gram dan massa $\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15} = 4,1983 \text{ gram} + 0,3517 \text{ gram} = 4,55 \text{ gram}$

Variasi IV : $\text{FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30}$

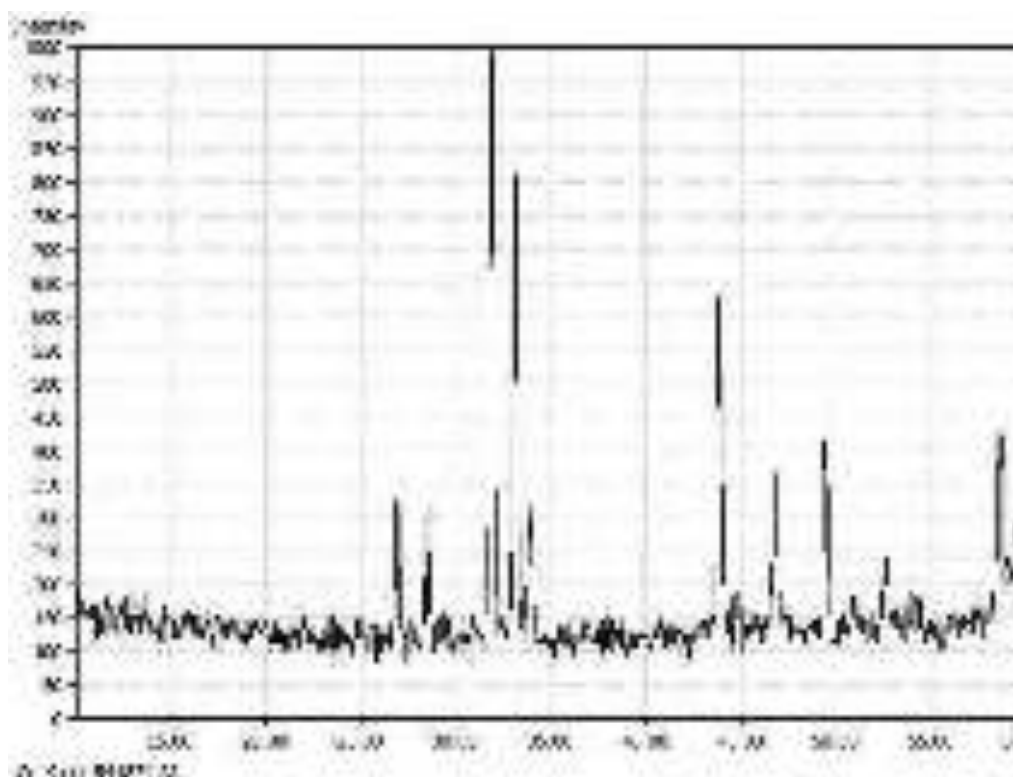
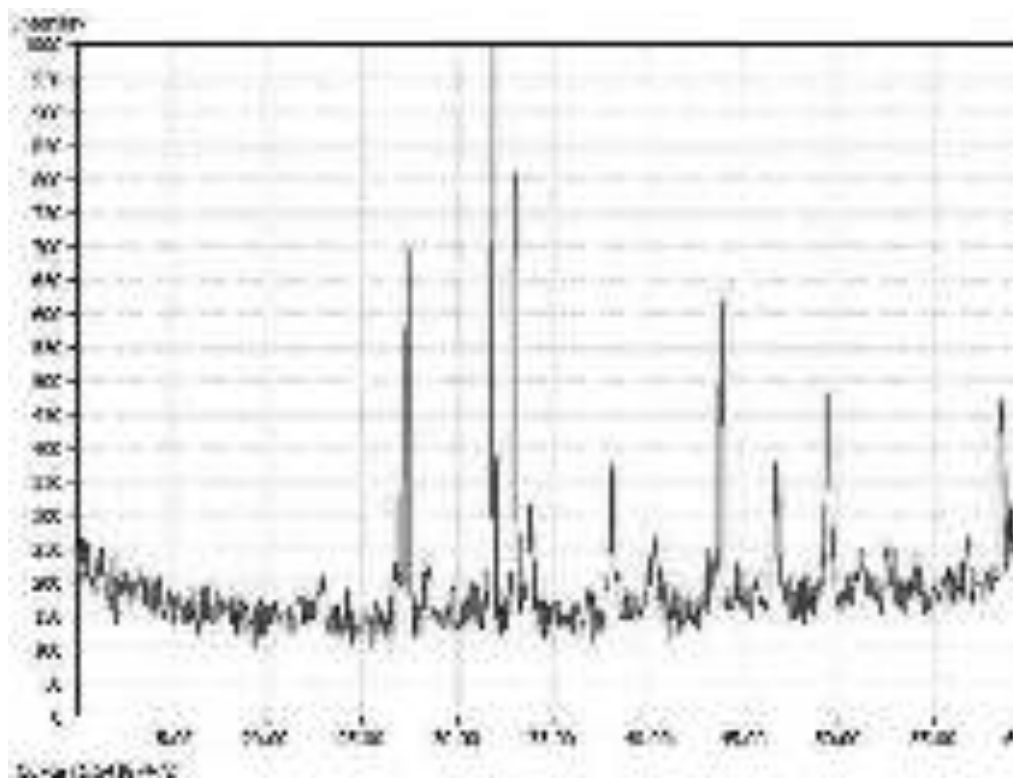
$$\begin{aligned} \text{Massa FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30} &= (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te} + (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ S} \\ &= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ gr/mol}) + (0,70 \times 127,6 \text{ gr/mol}) + (0,30 \times 32,064 \text{ gr/mol}) \\ &= 55,8470 \text{ gram} + 89,3200 \text{ gram} + 9,6192 \text{ gram} \\ &= 154,7862 \text{ gram} \end{aligned}$$

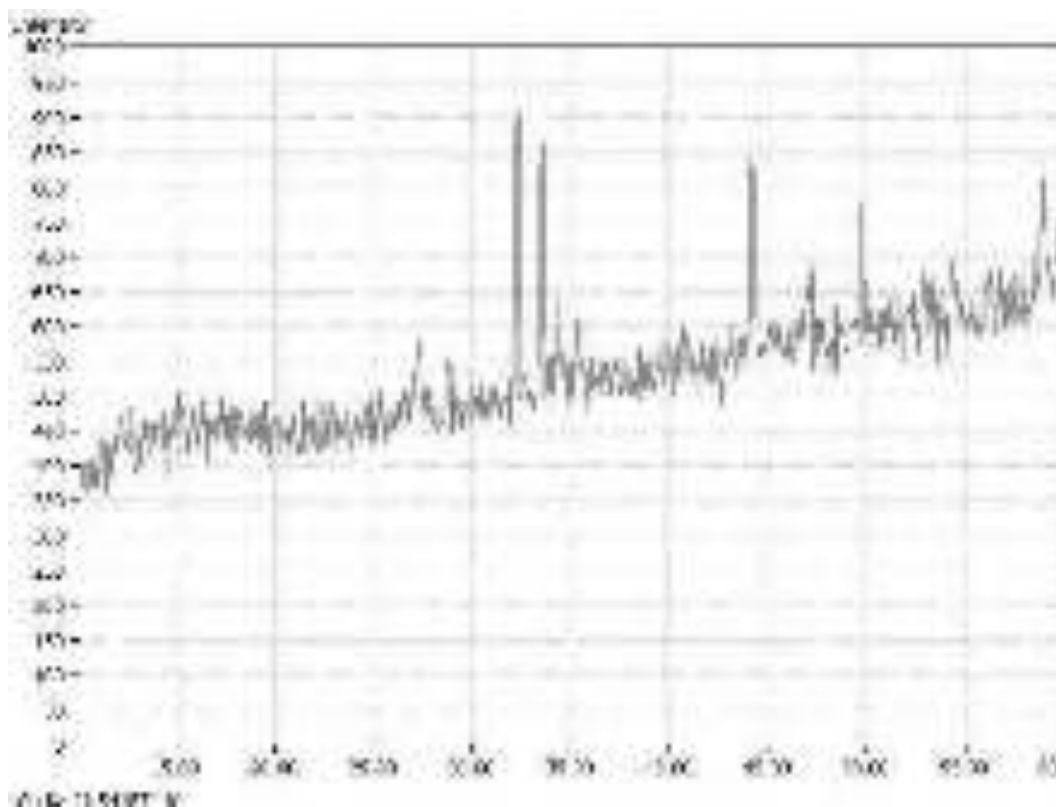
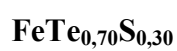
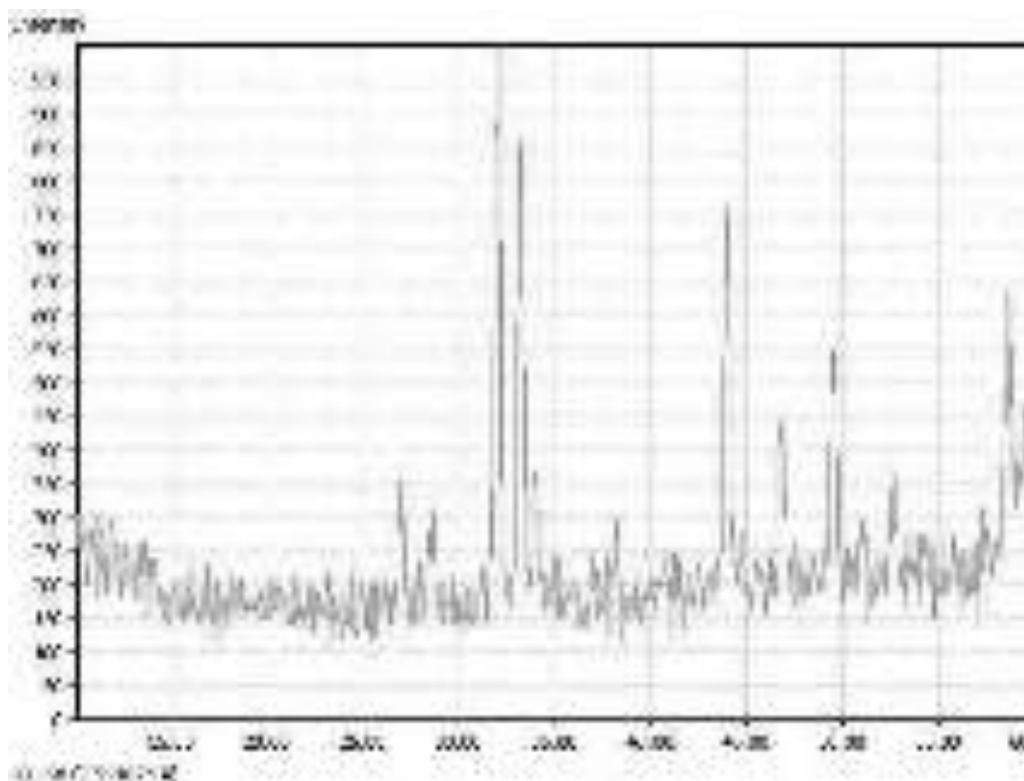
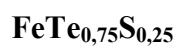
Agar diperoleh massa 7 gram maka dilakukan normalisasi :

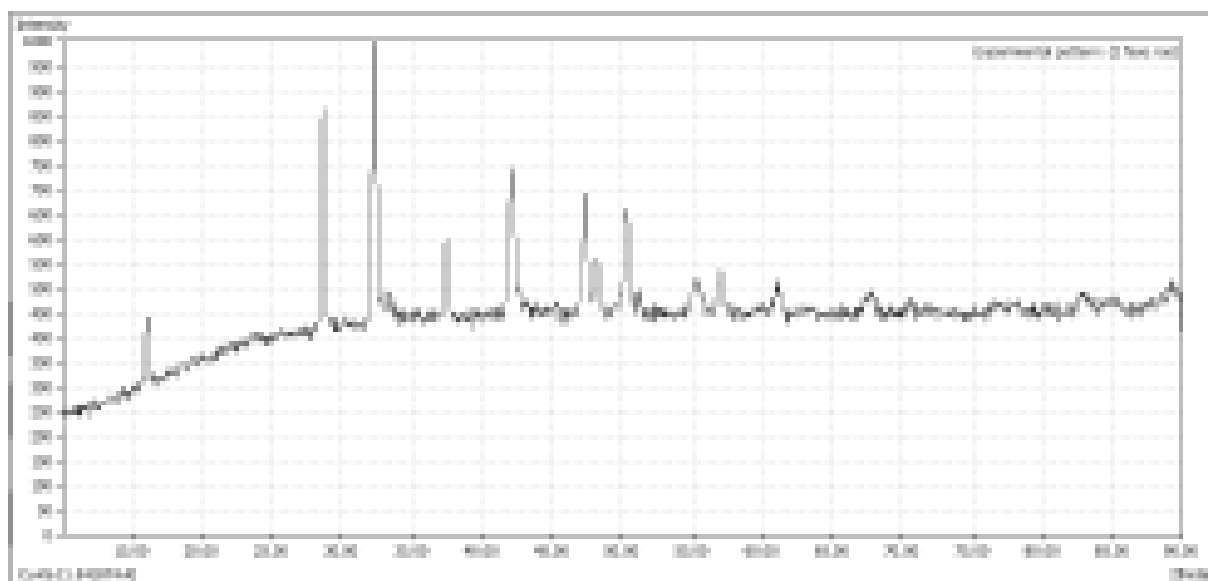
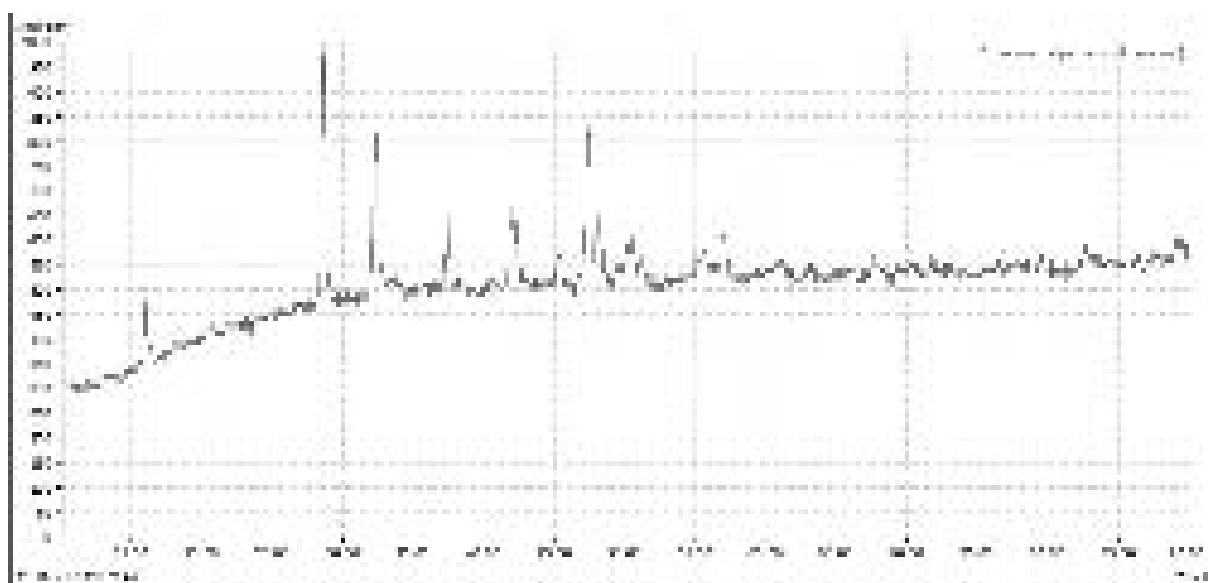
$$\begin{aligned} \frac{1}{22,1123} (\text{massa Fe} + \text{massa Te} + \text{massa S}) &= \frac{1}{22,1123} (\text{massa FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}) \\ \frac{1}{22,1123} (55,8470 \text{ gram} + 89,3200 \text{ gram} + 9,6192 \text{ gram}) &= \frac{1}{22,1123} (154,7862 \text{ gram}) \end{aligned}$$

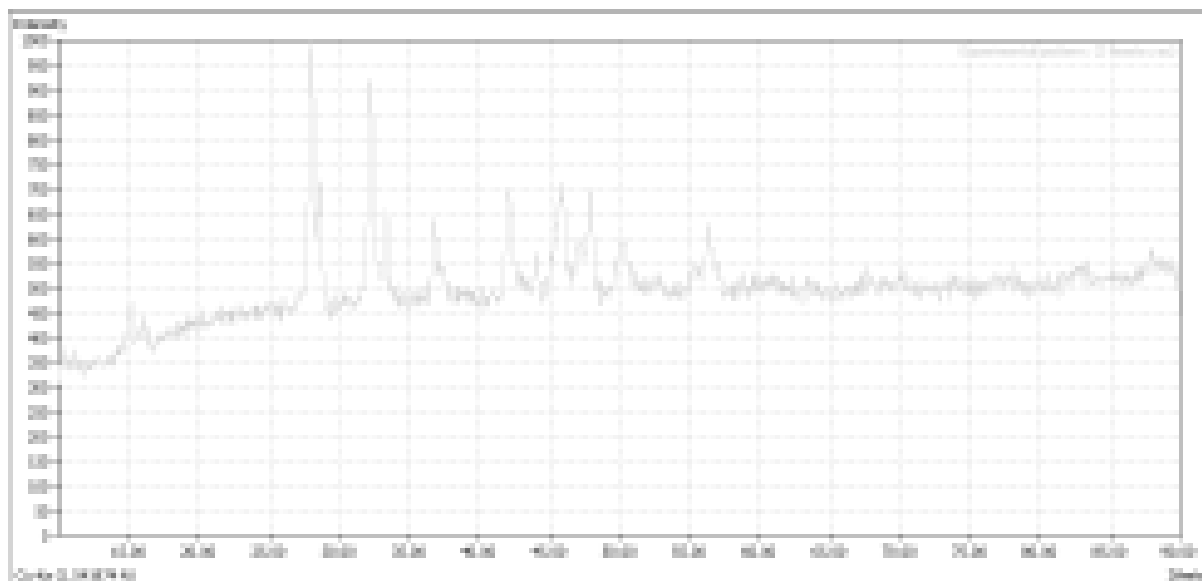
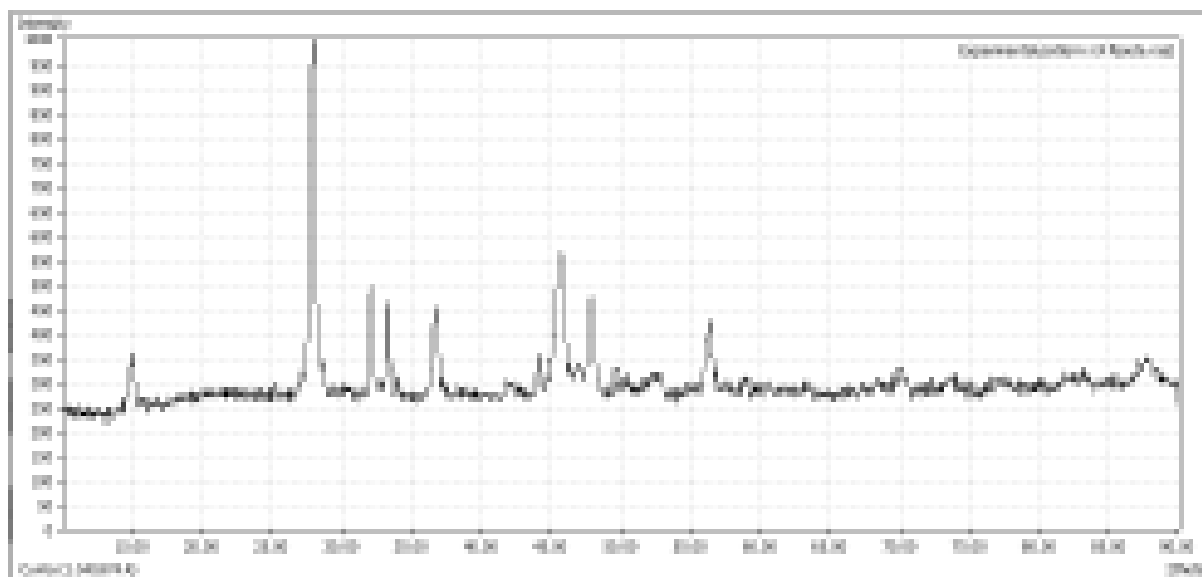
$$2,5256 \text{ gram} + 4,0394 \text{ gram} + 0,4350 \text{ gram} = 7 \text{ gram}$$

\therefore massa Fe = 2,5256 gram dan massa $\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,15} = 4,0394 \text{ gram} + 0,4350 \text{ gram} = 4,4744 \text{ gram}$

Lampiran 3 : Analisa komposisi fasa hasil XRD **$\text{FeTe}_{0,85}\text{S}_{0,15}$**  **$\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$** 



FeSe**FeSe**

FeSe_{0,75}Te_{0,25}**FeSe_{0,50}Te_{0,50}****FeTe_{0,85}S_{0,15}**

Intensitas peak β - FeTe_{0,85}S_{0,15} = 82+70+144+86+100+102+72=656

Intensitas peak FeTe₂ = 200+184+76+48+54+48=610

Komposisi fasa = $\frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$

Komposisi β - FeTe_{0,85}S_{0,15} = $\frac{656}{656+610} \times 100\% = \frac{656}{1266} \times 100\% = 51,8167\%$

Komposisi FeTe₂ = $\frac{610}{1266} \times 100\% = 48,1832\%$

FeTe_{0,80}S_{0,20}

$$\text{Intensitas peak } \beta\text{-FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20} = 120+42+108+66+90+52+86+56=620$$

$$\text{Intensitas peak FeTe}_2 = 168+126+64+48+52+46=504$$

$$\text{Intensitas peak Te} = 66+46 = 112$$

$$\text{Komposisi fasa} = \frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$$

$$\text{Komposisi } \beta\text{-FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20} = \frac{620}{620+504+112} \times 100\% = \frac{620}{1236} \times 100\% = 50,1618\%$$

$$\text{Komposisi FeTe}_2 = \frac{504}{1236} \times 100\% = 40,7767\%$$

$$\text{Komposisi Te} = \frac{112}{1236} \times 100\% = 9,0615\%$$

FeTe_{0,75}S_{0,25}

$$\text{Intensitas peak } \beta\text{-FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = 44+34+86+54+68+70+54=410$$

$$\text{Intensitas peak FeTe}_2 = 106+98+52+38+46=340$$

$$\text{Intensitas peak Te} = 42+30=72$$

$$\text{Komposisi fasa} = \frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$$

$$\text{Komposisi } \beta\text{-FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25} = \frac{410}{410+340+72} \times 100\% = \frac{410}{822} \times 100\% = 49,8783\%$$

$$\text{Komposisi FeTe}_2 = \frac{340}{822} \times 100\% = 41,3625\%$$

$$\text{Komposisi Te} = \frac{72}{822} \times 100\% = 8,7591\%$$

FeTe_{0,70}S_{0,30}

$$\text{Intensitas peak } \beta\text{-FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30} = 212+206+308+260+286+304+290=1866$$

$$\text{Intensitas peak FeTe}_2 = 346+340+226+242+260=1414$$

$$\text{Intensitas peak Te} = 234+232=466$$

$$\text{Komposisi fasa} = \frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$$

$$\text{Komposisi } \beta\text{-FeTe}_{0,70}\text{S}_{0,30} = \frac{1866}{1866+1414+466} \times 100\% = \frac{1866}{3746} \times 100\% = 49,8131\%$$

$$\text{Komposisi FeTe}_2 = \frac{1414}{3746} \times 100\% = 37,74693\%$$

$$\text{Komposisi Te} = \frac{466}{3746} \times 100\% = 12,4399\%$$

FeSe

$$\text{Intensitas peak } \beta\text{-FeSe} = 1070+1958+1460+1786+1661+1365+1092=10392$$

$$\text{Intensitas peak } \delta\text{-FeSe} = 2059+1593+1299+1062+1208=7221$$

$$\text{Intensitas peak Fe} = 234+232=1154$$

$$\text{Komposisi fasa} = \frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$$

$$\text{Komposisi } \beta\text{-FeSe} = \frac{10392}{10392+7221+1154} \times 100\% = \frac{10392}{18767} \times 100\% = 55,3738\%$$

$$\text{Komposisi } \delta\text{-FeSe} = \frac{7221}{18767} \times 100\% = 38,4771\%$$

$$\text{Komposisi Fe} = \frac{1154}{18767} \times 100\% = 6,1491\%$$

FeSe

$$\text{Intensitas peak } \beta\text{-FeSe} = 978+1846+1224+1259+1587+1266+1161=9321$$

$$\text{Intensitas peak } \delta\text{-FeSe} = 1352+1180+1113=3645$$

$$\text{Intensitas peak Fe} = 1104$$

$$\text{Komposisi fasa} = \frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$$

$$\text{Komposisi } \beta\text{-FeSe} = \frac{9321}{9321+3645+1104} \times 100\% = \frac{9321}{14070} \times 100\% = 66,2473\%$$

$$\text{Komposisi } \delta\text{-FeSe} = \frac{3645}{14070} \times 100\% = 25,9062\%$$

$$\text{Komposisi Fe} = \frac{1104}{14070} \times 100\% = 7,8465\%$$

FeSe_{0,75}Te_{0,25}

$$\text{Intensitas peak } \beta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25} = 645+1335+878+982+959+851=5650$$

$$\text{Intensitas peak } \delta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25} = 1259+936+827=3022$$

$$\text{Intensitas peak Fe}_3\text{Se}_4 = 888$$

$$\text{Intensitas peak Fe} = 771$$

$$\text{Komposisi fasa} = \frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}\text{Komposisi } \beta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25} &= \frac{5650}{5650+3022+888+771} \times 100\% = \frac{5650}{10331} \times 100\% \\ &= 54,6898\%\end{aligned}$$

$$\text{Komposisi } \delta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25} = \frac{3022}{10331} \times 100\% = 29,2518\%$$

$$\text{Komposisi Fe}_3\text{Se}_4 = \frac{888}{10331} \times 100\% = 8,5955\%$$

$$\text{Komposisi Fe} = \frac{771}{10331} \times 100\% = 7,4629\%$$

FeSe_{0,50}Te_{0,50}

$$\text{Intensitas peak } \beta\text{-FeSe}_{0,50}\text{Te}_{0,50} = 615+1659+766+943+807+720+578=6088$$

$$\text{Intensitas peak } \delta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25} = 829$$

$$\text{Intensitas peak Fe}_3\text{Se}_4 = 779$$

$$\text{Intensitas peak Fe} = 599$$

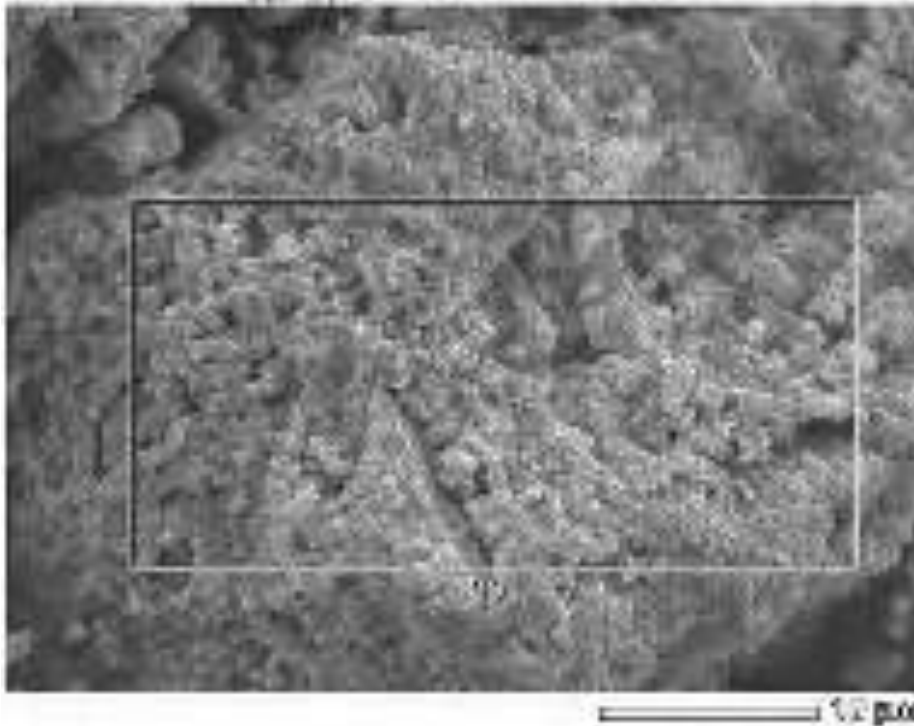
$$\text{Komposisi fasa} = \frac{\text{Intensitas peak fasa teridentifikasi}}{\text{Intensitas total fasa yang terbentuk}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}\text{Komposisi } \beta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25} &= \frac{6088}{6088+829+779+599} \times 100\% = \frac{6088}{8295} \times 100\% \\ &= 73,3936\%\end{aligned}$$

$$\text{Komposisi } \delta\text{-FeSe}_{0,75}\text{Te}_{0,25} = \frac{829}{8295} \times 100\% = 9,9939\%$$

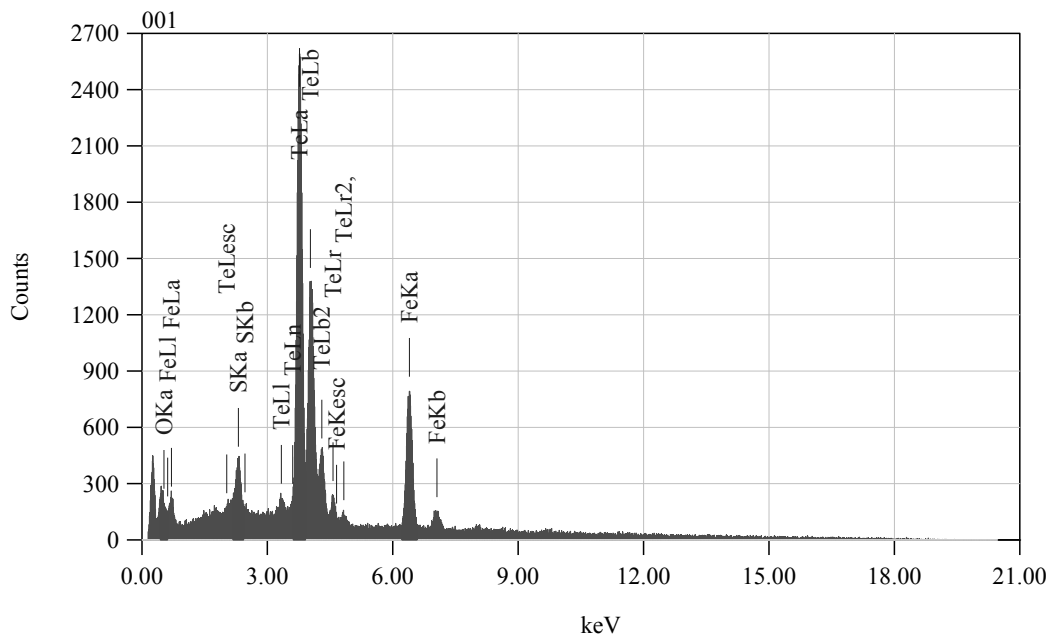
$$\text{Komposisi Fe}_3\text{Se}_4 = \frac{779}{8295} \times 100\% = 9,3912\%$$

$$\text{Komposisi Fe} = \frac{599}{8295} \times 100\% = 7,2212\%$$

HASIL UJI EDX FeTe_{0,85}S_{0,15} spot 2

Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2016/04/05
 Time : 11:11:11

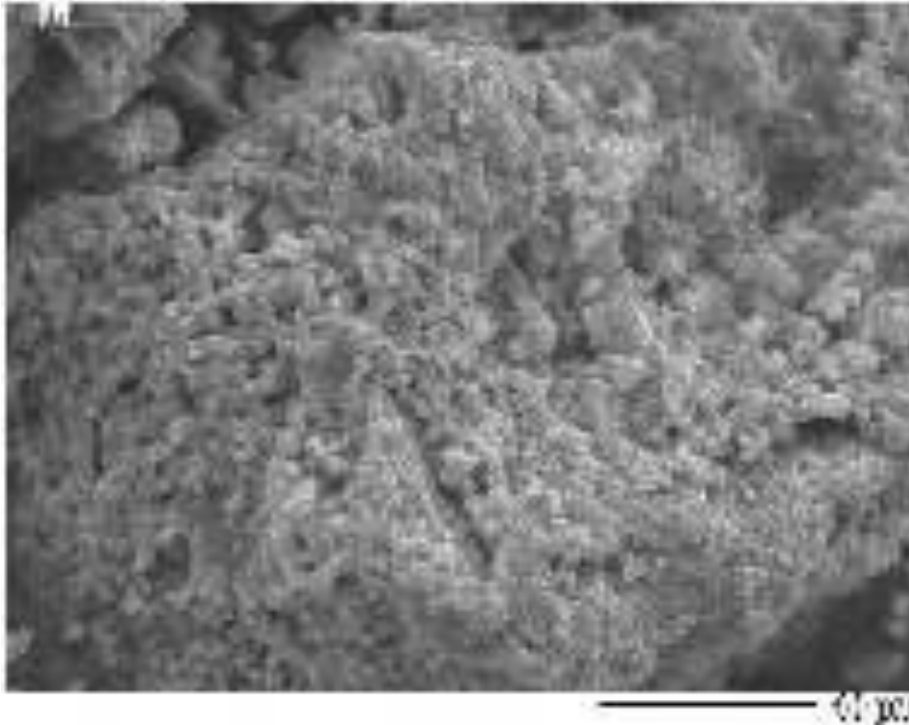


Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 42.09 sec
 Live Time : 30.00 sec
 Dead Time : 27 %
 Counting Rate: 6096 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

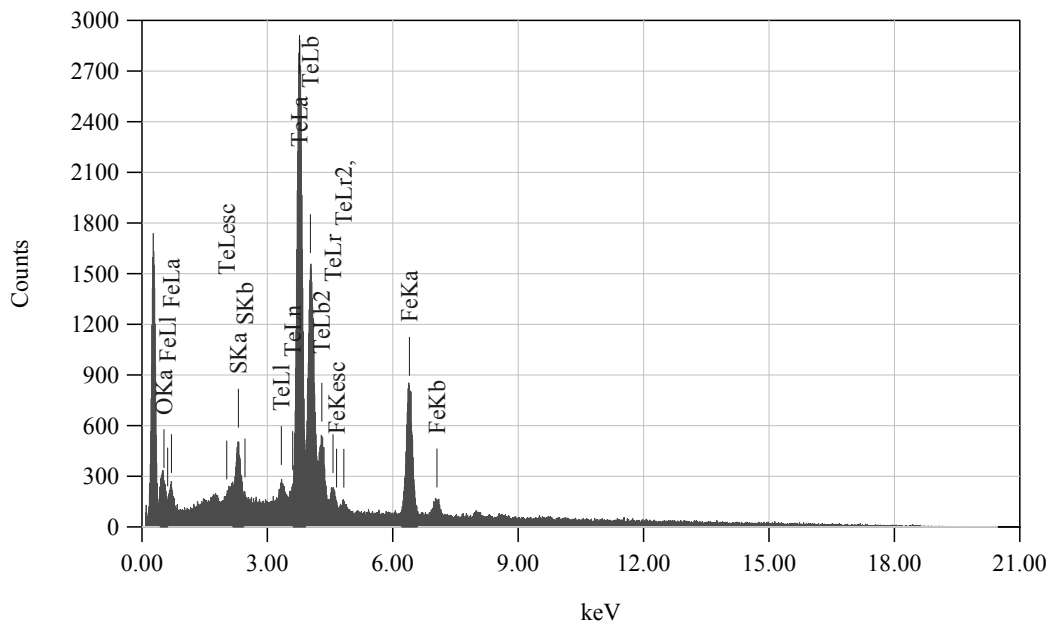
Fitting Coefficient : 0.3082

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K	2.307	1.83	0.11	5.41				1.9481
Fe K	6.398	22.85	0.38	38.72				24.1066
Te L	3.768	75.32	0.43	55.87				73.9453
Total		100.00		100.00				

HASIL UJI EDX FeTe_{0.85}S_{0.15} spot 1

Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2016/04/05
 Time : 14:00:00

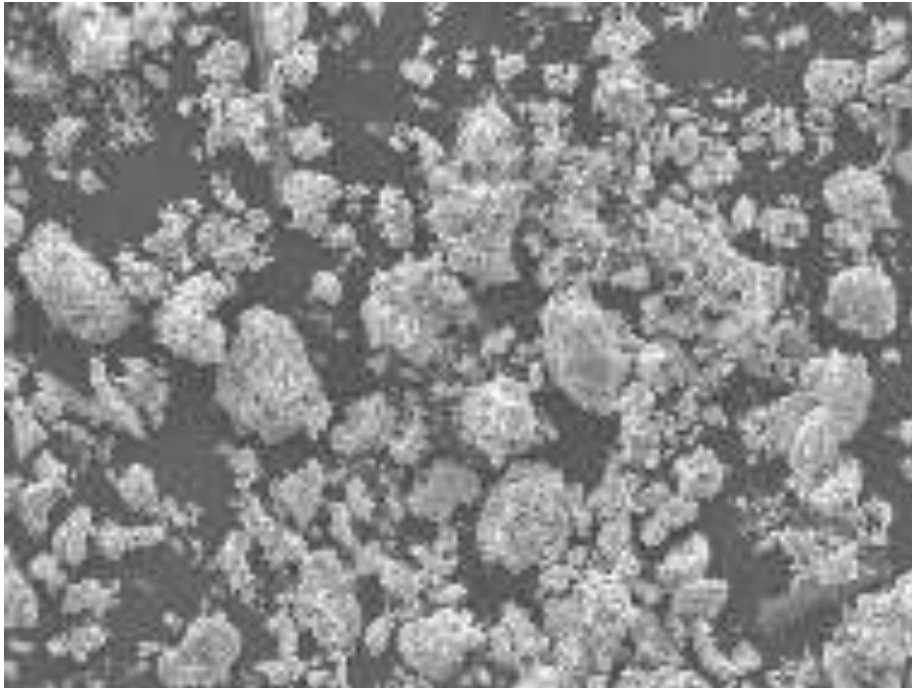


Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 82.88 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 39 %
 Counting Rate: 4873 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

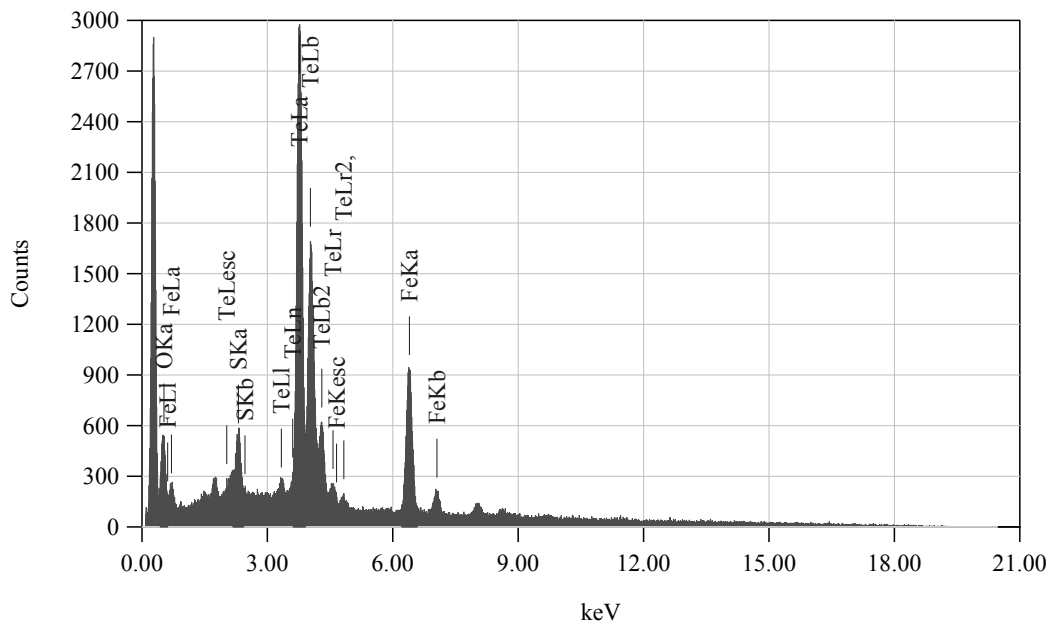
Fitting Coefficient : 0.3767

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K*	2.307	1.93	0.21	5.75				2.0219
Fe K	6.398	21.78	0.72	37.20				22.5757
Te L	3.768	76.29	0.83	57.05				73.6643
Total		100.00		100.00				

HASIL UJI EDX $\text{FeTe}_{0,80}\text{S}_{0,20}$ spot 2

Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2016/04/05
 Time : 10:00:00

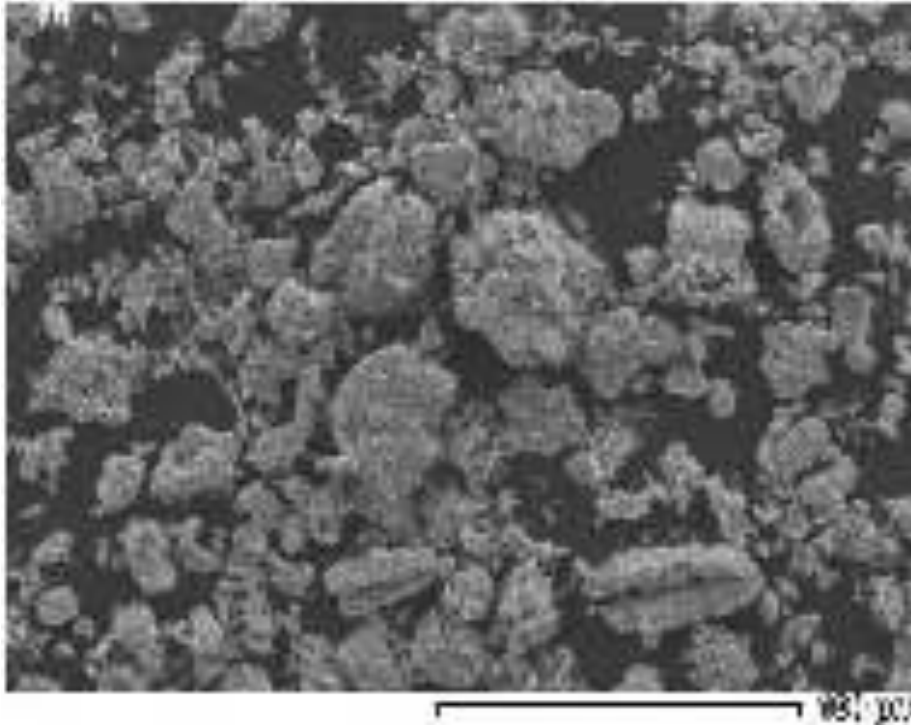


Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 89.53 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 44 %
 Counting Rate: 5644 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

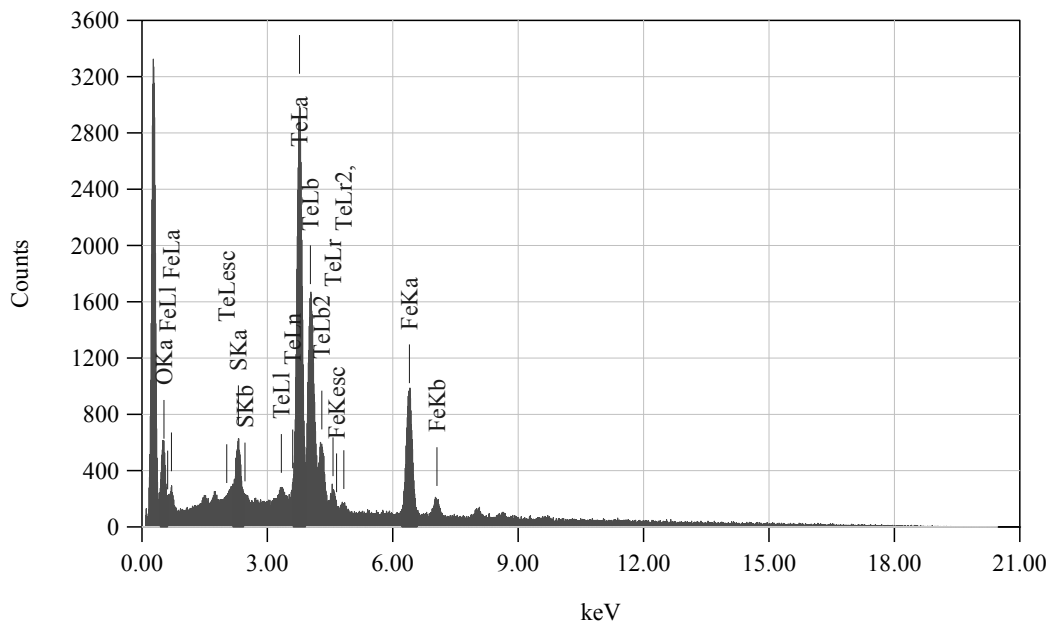
Fitting Coefficient : 0.4408

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K	2.307	2.02	0.31	5.91				2.0277
Fe K	6.398	23.14	1.06	38.95				23.0798
Te L	3.768	74.84	1.22	55.14				69.3556
Total		100.00		100.00				

HASIL UJI EDX FeTe_{0.80}S_{0.20} spot 1

Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2016/04/05
 Time : 14:00:00



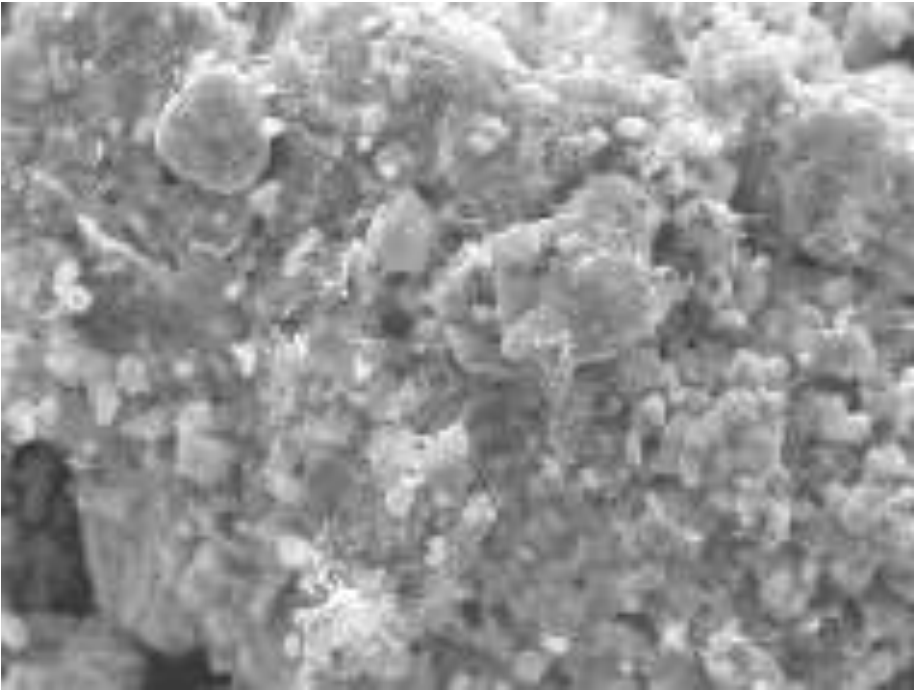
Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 88.93 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 43 %
 Counting Rate: 5580 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4585

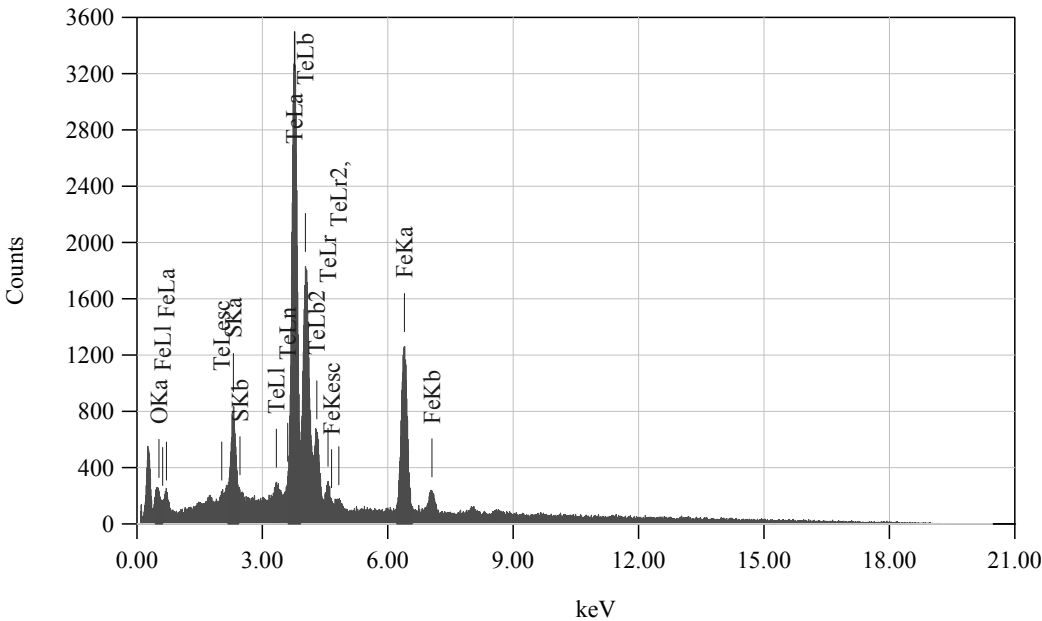
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K	2.307	2.36	0.35	6.85				2.3598
Fe K	6.398	23.52	1.22	39.16				23.2557
Te L	3.768	71.12	1.40	53.99				67.9977
Total		100.00		100.00				

HASIL UJI EDX $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ spot 2



Title : IMG2

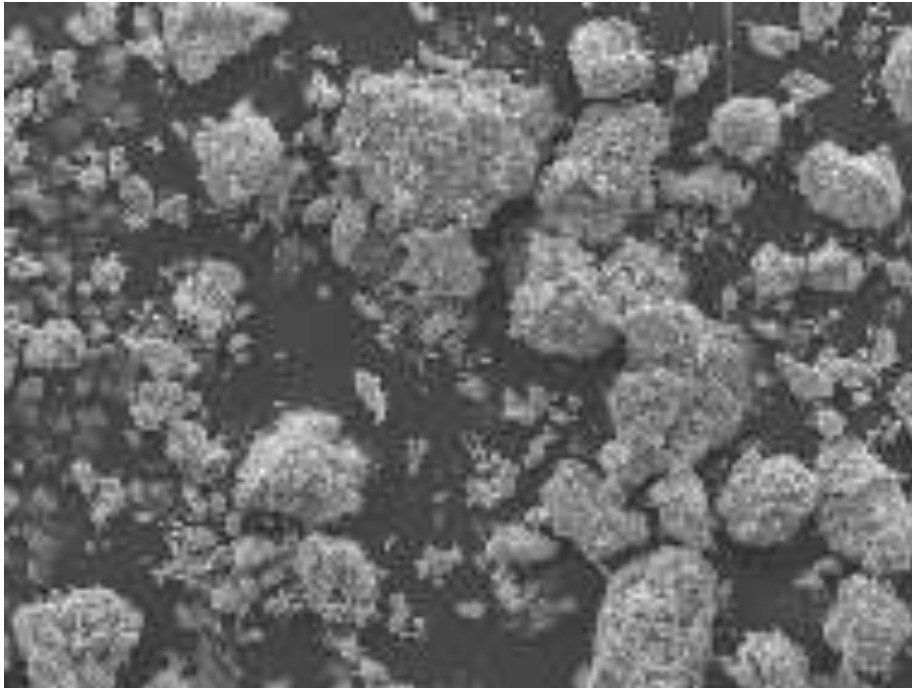
Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 3,000
Date : 2016/04/05
Time : 10:00:00



Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T4
Real Time : 89.73 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 44 %
Counting Rate: 5534 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

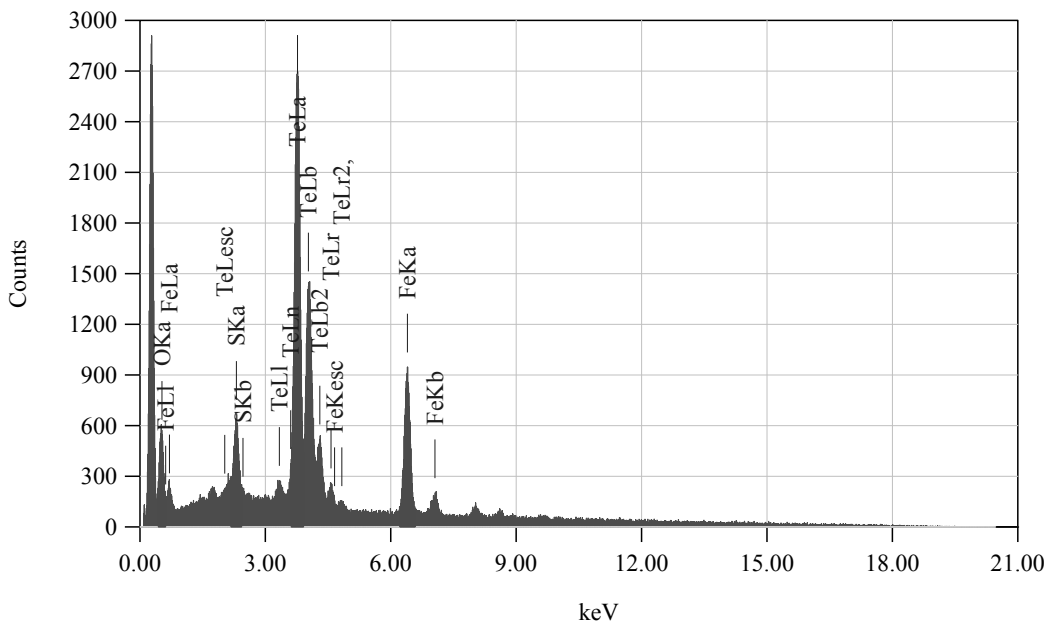
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.2955

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K	2.307	3.00	0.10	8.38				3.1690
Fe K	6.398	26.12	0.34	41.87				27.4392
Te L	3.768	70.88	0.40	49.75				68.8011
Total		100.00		100.00				

HASIL UJI EDX $\text{FeTe}_{0,75}\text{S}_{0,25}$ spot 1

Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2016/04/05
 Time : 10:00:00



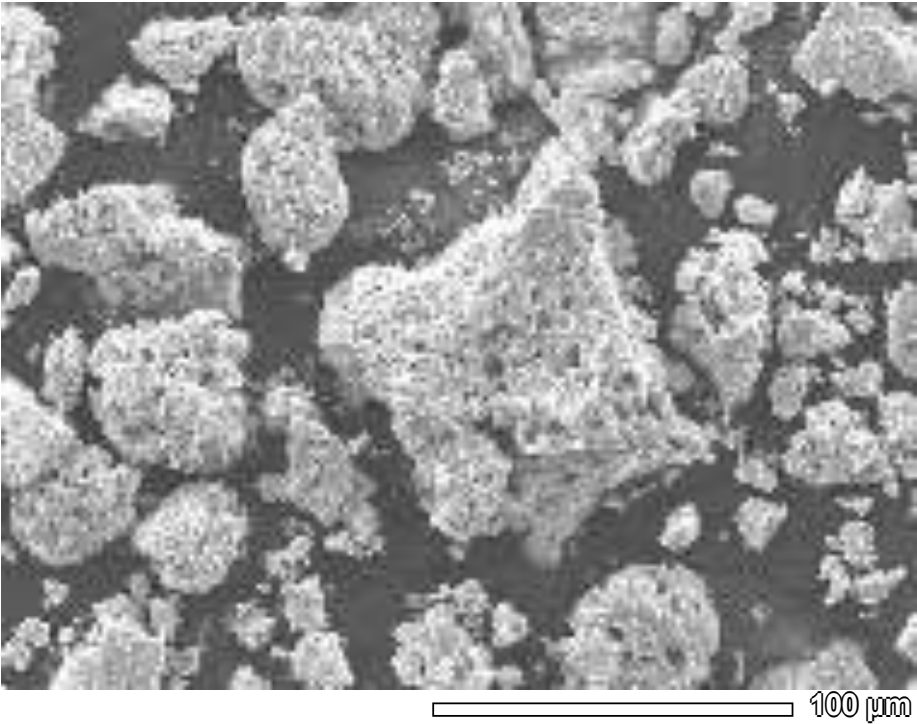
Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 86.66 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 42 %
 Counting Rate: 5307 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4731

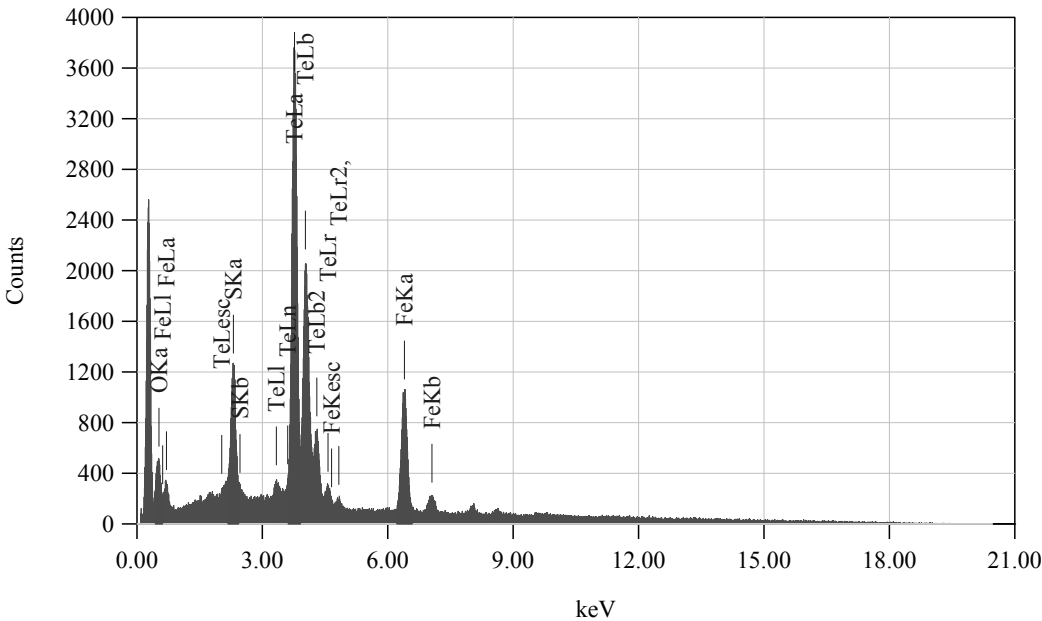
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K	2.307	3.08	0.35	8.65				3.0475
Fe K	6.398	25.10	1.22	40.57				24.6372
Te L	3.768	71.82	1.40	50.78				65.1217
Total		100.00		100.00				

HASIL UJI EDX $\text{FeTe}_{0.70}\text{S}_{0.30}$ spot 2



Title : IMG2

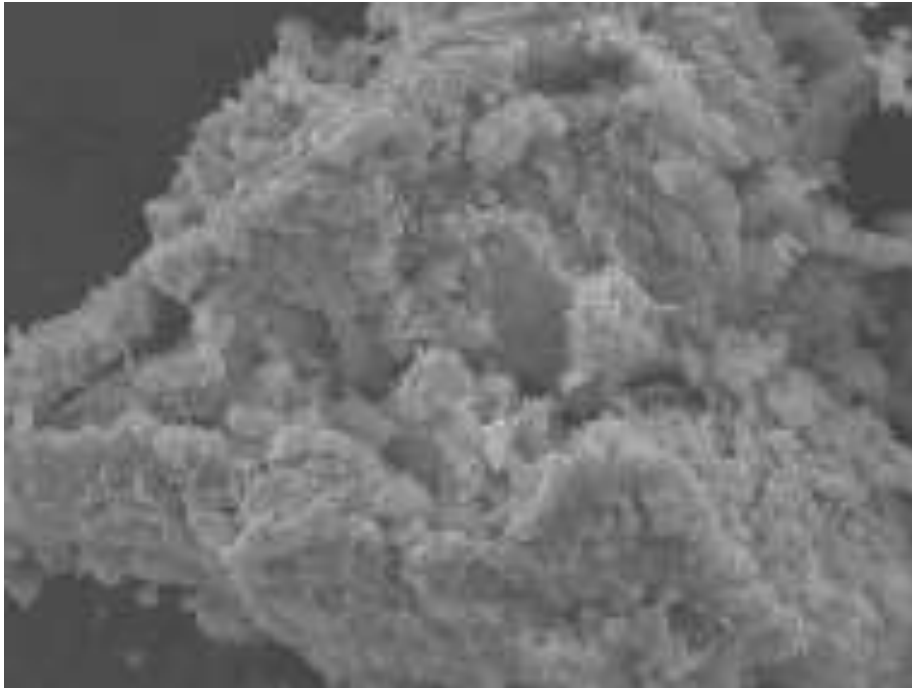
Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 500
Date : 2016/04/06
Time : 10:00:00



Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T4
Real Time : 98.24 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 48 %
Counting Rate: 6562 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

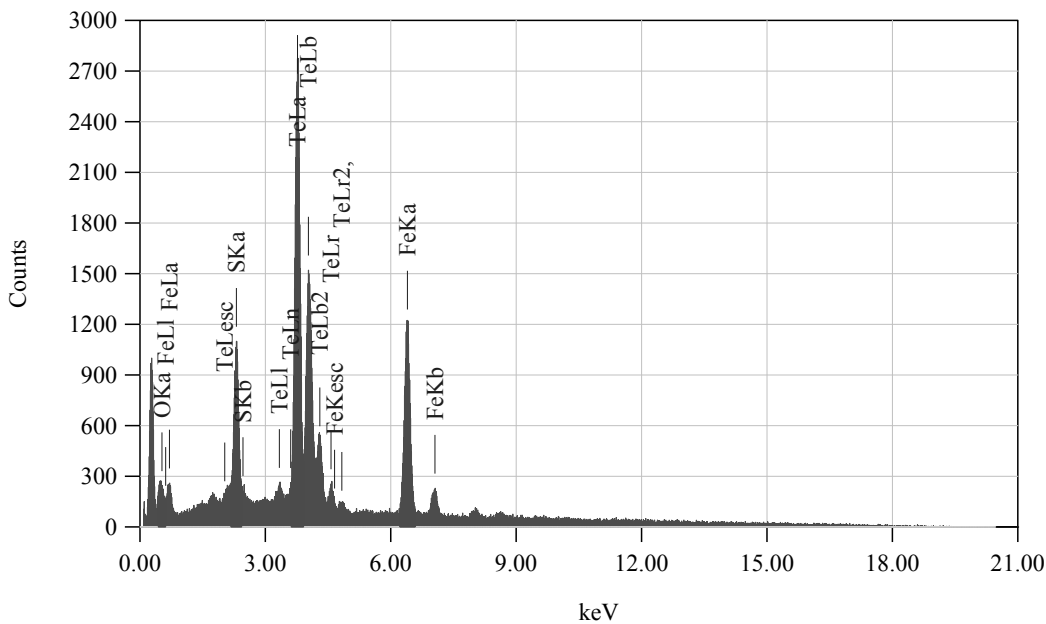
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3770

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K	2.307	4.98	0.22	14.04				5.1822
Fe K	6.398	20.54	0.78	33.22				20.9738
Te L	3.768	74.48	0.90	52.74				70.3171
Total		100.00		100.00				

HASIL UJI EDX FeTe_{0.70}S_{0.30} spot 1

Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2016/04/06
 Time : 10:00:00



Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 87.96 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 43 %
 Counting Rate: 5074 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3271

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
S K	2.307	5.39	0.13	14.05				5.7024
Fe K	6.398	28.59	0.46	42.76				29.9647
Te L	3.768	66.02	0.53	43.19				63.2649
Total		100.00		100.00				